

УДК 614.84

В.І. Згуря, канд. техн. наук, ст. наук. співроб., А.В. Довбиш, канд. техн. наук, ст. наук. співроб., Н.А. Поворознюк

ЩОДО ПРОБЛЕМИ ОЦІНЮВАННЯ ПРОФЕСІЙНОГО РІВНЯ ВИПРОБУВАЛЬНИХ ЛАБОРАТОРІЙ ЗА РЕЗУЛЬТАТАМИ ВИЗНАЧЕННЯ ПОКАЗНИКІВ ЯКОСТІ ВОГНЕЗАХИСНИХ ЗАСОБІВ БУДІВЕЛЬНИХ КОНСТРУКЦІЙ

Проаналізовано дані з визначення вогнезахисної ефективності вогнезахисних засобів різних видів для деревини. Зроблено висновки щодо придатності стандартизованих методів для оцінювання професійного рівня лабораторій під час визначення показників якості виконання робіт з вогнезахисного оброблення будівельних конструкцій та валідації відповідних методик.

Ключові слова: вогнезахисна ефективність; вогнезахисний засіб; професійний рівень; статичні критерії.

V. Zgurja, Cand. of Sc. (Eng.), Sen. Res., A. Dovbysh, Cand. of Sc. (Eng.), Sen. Res., N. Povorozniuk

ACCORDING SOME ASPECTS OF THE PROBLEM OF EVALUATING THE PROFESSIONAL LEVEL OF TESTING LABORATORIES FOLLOWING THE RESULTS OF CHARACTERIZING THE QUALITY OF FIRE PROTECTION EQUIPMENT FOR BUILDING CONSTRUCTIONS

This article illustrates an analysis data on the fireproof effectiveness of different types of flame-retardant products for wood. Conclusions were made on suitability of the standard methods for evaluating the professional level of testing laboratories while characterizing the quality of works on fireprotection covering for building constructions and validation of relevant methods.

Keywords: fireproof effectiveness; flame-retardant product; professional level; statistic criterion.

Забезпечення єдності випробувань у сфері пожежної безпеки є невід'ємною складовою частиною забезпечення належного рівня безпеки життєдіяльності суспільства. Особливо це актуально для сфери будівництва під час визначення показників пожежної небезпеки конструкцій та матеріалів. До таких показників, зокрема, відносяться показники якості вогнезахисного оброблення чи покриття будівельних конструкцій або виробів. Вогнезахист спрямовано на підвищення вогнестійкості будівельних конструкцій, а також на зниження показників пожежної небезпеки матеріалів чи виробів, що є важливою складовою загальної системи заходів щодо забезпечення пожежної безпеки об'єктів будівництва.

Як зазначено в [1] найбільш типовими порушеннями та недоліками під час вогнезахисного оброблення є:

- застосування несертифікованих вогнезахисних засобів;
- недотримання умов застосування, нормованих значень товщин покриттів або витрат просочувальних засобів;
- недотримання технології приготування та нанесення вогнезахисного засобу;
- застосування інших способів нанесення, ніж зазначені у сертифікаті.

Одним із основних методів контролювання якості робіт з вогнезахисного оброблення будівельних конструкцій є перевірка нормативної документації (сертифікатів відповідності, технічних умов, регламентів робіт з вогнезахисту, протоколів випробувань тощо) відповідно до вимог НАПБ Б.01.012–2007 [2]. Слід зазначити, що єдиний нормативний документ, який би встановлював методи контролювання якості вогнезахисного оброблення будівельних конструкцій на теперішній час в Україні не має. Багато питань виникає до результатів, що отримуються в різних лабораторіях під час визначення показників якості вогнезахисного оброблення з використанням одного і тогож матеріалу.

Метою даної роботи є оцінювання професійного рівня випробувальних лабораторій, що здійснюють діяльність у сфері пожежної безпеки, та підтвердження придатності для цього застосування відомих статистичних критеріїв, яке було розпочато в роботах [3, 4].

В Україні обов'язковість вимог до випробувальних лабораторій щодо забезпечення якості результатів випробовування регламентовано стандартом ДСТУ ISO/IEC 17025-2006 [5]. Одним із інструментів, за допомогою якого можливо реалізувати цю вимогу, є проведення міжлабораторних порівняльних випробувань. На міжнародному рівні такі випробування регламентуються Настановою ISO/IEC 43-1:1997 [6].

Для перевірки професійного рівня випробувальних лабораторій було вибрано прискорений метод визначення групи вогнезахисної ефективності вогнезахисних покриттів для деревини за ГОСТ 16363[7].

Для проведення випробувань згідно з прискореним методом [7] було підготовлено зразки деревини з вогнезахисним покриттям «Ендотерм ХТ-150» (ТУ У 13481691.01-97) виробництва НПП «Спецматеріали»(м.Донецьк).

До проведення експериментальних досліджень було залучено дослідно-випробувальні лабораторії територіальних органів ДСНС України (10 лабораторій), а також науково-дослідні підрозділи УкрНДІПБ (3 лабораторії). Таким чином, всього було залучено 13 випробувальних лабораторій. З них, тільки УкрНДІПБ є акредитованою випробувальною лабораторією, і з урахуванням досвіду випробувань за базову лабораторію можна вважати лабораторію НДЦ №3 УкрНДІПБ.

Результати випробувань наведено в Таблиці 1.

Таблиця 1 – Результати випробувань згідно з ГОСТ 16363 деревини з нанесеним вогнезахисним покриттям «Ендотерм ХТ-150» виробництва НПП Спецматеріали (Донецьк).

№ п/п лабораторій	Дослідно-випробувальна лабораторія ДСНС України	Маса зразків до випробування, г	Маса зразків після випробування, г	Максимальна температура летких продуктів горіння, °С	Втрата маси зразків %	Група вогнезахисної ефективності
1.	Харківська область	124,0	119,6	198	3,5	I
		145,5	142,2	203	2,3	I
		143,9	140,6	197	2,3	I
2.	м. Київ	137,4	134,9	180	1,9	I
		138,3	135,1	185	2,3	I
		146,7	144,6	187	1,4	I
3.	Волинська область	126,0	124,0	172	1,6	I
		126,0	124,0	203	1,6	I
		129,0	127,0	168	1,6	I
4.	Львівська область	137,9	133,7	178	3,6	I
		141,2	136,1	182	3,7	I
		130,5	126,8	179	2,8	I
5.	УкрНДІПБ НДЦ № 2	126,6	122,1	176	3,5	I
		138,5	138,5	183	2,4	I
		147,2	144,6	154	1,8	I
6.	УкрНДІПБ НДЦ № 3	151,2	146,1	188	3,4	I
		142,6	137,9	170	3,3	I
		148,9	144,4	154	3,0	I
7.	УкрНДІПБ НДЦ № 3	132,7	126,9	145	4,0	I
		140,4	134,7	155	4,0	I
		142,8	136,9	145	4,0	I
8.	Івано-Франківська область	147,8	144,1	186	2,5	I
		128,8	125,2	187	2,8	I
		118,2	114,3	188	3,4	I
9.	Вінницька область	125,1	120,2	220	3,9	I
		110,5	108,2	220	2,0	I
		125,4	120,7	220	3,7	I

Продовження таблиці 1

10.	Черкаська область	148,6	146,6	132	1,4	I
		150,2	146,4	126	2,5	I
		135,1	132,5	120	1,9	I
11.	Дніпропетровська область	140,1	131,4	311	6,2	I
		114,9	106,6	280	7,2	I
		123,0	116,4	251	5,4	I
12.	Миколаївська область	132,3	127,2	171	3,9	I
		133,3	127,4	173	4,4	I
		135,3	127,5	223	5,8	I
13.	Херсонська область	142,1	140,1	195	1,4	I
		141,5	139,8	200	1,2	I
		119,7	117,8	195	1,5	I

Враховуючи вимоги [7] до показників та критеріїв, за якими приймається рішення про групу вогнезахисної ефективності вогнезахисних покриттів для деревини, а також те, що всі випробувальні лабораторії класифікували покриття «Ендотерм ХТ-150» за I групою вогнезахисної ефективності, далі аналізувались експериментальні дані щодо втрати маси зразків (%) та максимальна температура (°C) летких продуктів згоряння.

Для аналізування даних застосовувався алгоритм обробки результатів, що запропонований в [4] (рисунок 1). Оскільки всі результати вже отримані лабораторіями, то реалізується схема подальшого контролю та аналізу цих результатів [4]. Робиться припущення щодо належності отриманих лабораторіями значень до нормального закону розподілу, це припущення ґрунтується на тому, що всі ДВЛ та УкрНДІЦЗ використовують стандартизовану методику вимірювання, тому ми не будемо перевіряти гіпотезу про належність даних до гаданого закону розподілу.



Рисунок 1 – Алгоритм обробки статистичних даних (схема подальшого контролю).

Однією з цілей статистичного аналізу є визначення показників правильності та прецизійності, як складових показника точності вимірювань, для всіх лабораторій. Показником правильності є близькість середнього значення до істинного, або до опорного значення. У нашому випадку опорним значенням є середнє значення результатів отриманих базовою лабораторією УкрНДІЦЗ. Показником прецизійності лабораторії є близькість результатів одне до одного, тобто дисперсія результатів.

Були розраховані значення середнього, дисперсії та середньоквадратичного відхилення для кожної лабораторії (Таблиця 2). Перевірка на наявність аномальних значень в даних отриманих лабораторіями проводилась за критерієм Граббса, правильність отриманих результатів перевірялась за критерієм Стьюдента, перевірка прецизійності проведених вимірювань здійснювалась за допомогою критеріїв Фішера та Кохрена.

Таблиця 2 – Результати розрахунків середнього значення, середньоквадратичного відхилення (СКВ) для кожної лабораторії.

№ п/п лабораторій	Дослідно-випробувальна лабораторія ДСНС України	Втрата маси зразків, %			Максимальна температура летких продуктів горіння, °С		
		Отримане значення	Середнє значення	СКВ	Отримане значення	Середнє значення	СКВ
1.	Харківська область	3,5	2,70	0,69	198	199,33	3,21
		2,3			203		
		2,3			197		
2.	м. Київ	1,9	1,87	0,45	180	184,00	3,61
		2,3			185		
		1,4			187		
3.	Волинська область	1,6	1,60	0,00	172	181,00	19,16
		1,6			203		
		1,6			168		
4.	Львівська область	3,6	3,37	0,49	178	179,67	2,08
		3,7			182		
		2,8			179		
5.	УкрНДІЦЗ НДЦ № 2	3,5	2,57	0,86	176	171,00	15,13
		2,4			183		
		1,8			154		
6.	УкрНДІЦЗ НДЦ № 3	3,4	3,23	0,21	188	170,67	17,01
		3,3			170		
		3,0			154		
7.	УкрНДІЦЗ НДВ № 3	4,0	4,00	0,00	145	148,33	5,77
		4,0			155		
		4,0			145		
8.	Івано-Франківська область	2,5	2,90	0,46	186	187,00	1,00
		2,8			187		
		3,4			188		
9.	Вінницька область	3,9	3,20	1,04	220	220,00	0,00
		2,0			220		
		3,7			220		
10.	Черкаська область	1,4	1,93	0,55	132	126,00	6,00
		2,5			126		
		1,9			120		

Продовження таблиці 2

11.	Дніпропетровська область	6,2	6,27	0,90	311	280,67	30,00
		7,2			280		
		5,4			251		
12.	Миколаївська область	3,9	4,70	0,98	171	189,00	29,46
		4,4			173		
		5,8			223		
13.	Херсонська область	1,4	1,37	0,15	195	196,67	2,89
		1,2			200		
		1,5			195		

Для даних з нульовим значенням СКВ або дисперсії (розбіжності), а це лабораторії № 3, № 7 та № 9, була застосована перевірка на виконання умов відтворюваності [8]. Умова відтворюваності є однією зі складових умови прецизійності яка дає змогу перевірити дані отримані в різних дослідницьких лабораторіях.

Умовою відтворюваності є те, що границя відтворюваності R , з вірогідністю 95%, не може бути перевищена різницею між результатами двох вимірювань отриманих в умовах

$$R = f(n)\sigma\sqrt{2} \quad (1)$$

для кількості вимірювань $n=3$, $f(n=3) = 3,3$ отже для нашого випадку $R = 3,3\sigma$, де σ - істинне (або опорне) стандартне відхилення. Оскільки ми не маємо інформації щодо істинного (опорного) стандартного відхилення, то для підрахунків використовувалась оцінка стандартного відхилення, яка була отримана в базовій лабораторії (НДЦ № 3 УкрНДЦЗ).

В даному разі для втрати маси зразків (%) різниця між значенням НДЦ № 3 УкрНДЦЗ (3,23 %) та значеннями лабораторій № 3 (1,6 %) і № 7 (4,0 %) не перевищила $R = 3,3\sigma$ (10,66 %). А для максимальної температури (°C) летких продуктів згоряння різниця між значенням НДЦ № 3 УкрНДЦЗ (170,67 °C) та значенням лабораторії № 9 (220,00 °C) не перевищила $R = 3,3\sigma$ (563,21 °C). Виконання умови відтворюваності свідчить про те, що жоден з факторів таких як: оператор, використане обладнання, калібрування обладнання, параметри оточуючого середовища, інтервал часу між вимірюваннями, не вплинули на результати вимірювання.

Але за умови малої вибірки даних (3 вимірювання) така оцінка є досить наближеною і результати отримані таким шляхом не є певними, отже для більш точного аналізу необхідно збільшувати кількість вимірювань у випробувальних лабораторіях, в разі якщо це неможливо, записувати необхідну кількість значущих цифр з тим щоб більш точно розрахувати розбіжність між даними та мати змогу застосовувати класичні статистичні критерії.

Для аналізування даних з ненульовою дисперсією, першим етапом обробки є перевірка наявності аномальних даних (аномально великих чи аномально малих) з тим щоб виключити їх з основної маси та, якщо це можливо, повторити експеримент ще раз і отримати нові значення. Згідно [8] для перевірки максимального та мінімального значень у вибірці рекомендовано використовувати критерій Граббса.

Формула для максимального значення у вибірці:

$$G = \frac{x_{\max} - \bar{x}}{s} \quad (2)$$

Формула для мінімального значення у вибірці:

$$G = \frac{\bar{x} - x_{\min}}{s}, \quad (3)$$

$$\text{де } \bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i, \quad s = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}.$$

Максимальне, або мінімальне значення вважається викидом, якщо розрахункове значення критерію Граббса перевищує табличне. Для об'єму вибірки $n=3$ з вірогідністю $P=0.95$ критичне табличне значення $G_{\text{tabl}} = 1.155$.

Слід зазначити, що при обробці таких малих об'ємів даних критерій Граббса має свої особливості застосування, а саме, за наявності у вибірці двох однакових значень, третє значення завжди буде визначатися як викид [9]. Як бачимо, таких лабораторій, що мають викиди за такої умови, дві - № 7 та № 13. Всі інші учасники міжлабораторних порівняльних випробувань викидів за критерієм Граббса не мають.

Далі перевіряємо правильність отриманих даних за допомогою перевірки близькості середніх значень (математичних сподівань) за критерієм Ст'юдента

Критерій Ст'юдента розраховують за виразами:

$$t = \frac{|\bar{y}_1 - \bar{y}_2|}{\sqrt{(n_1 - 1)S_1^2 + (n_2 - 1)S_2^2}} \sqrt{\frac{n_1 n_2 (n_1 + n_2 - 2)}{n_1 + n_2}} \quad (4)$$

або

$$t' = \frac{|\bar{y}_1 - \bar{y}_2|}{\sqrt{\frac{S_1^2}{n_1} + \frac{S_2^2}{n_2}}}, \quad (5)$$

де n_1, n_2 – кількість результатів випробувань у першій та другій лабораторіях;

\bar{y}_1, \bar{y}_2 – середні значення результатів випробувань першої та другої лабораторій;

S_1^2, S_2^2 – оцінки дисперсій першої та другої лабораторій.

Вираз (4) застосовують коли результати випробувань двох лабораторій належать до однієї генеральної сукупності. В іншому випадку застосовують вираз (3).

Гіпотеза, щодо відповідності математичних сподівань справджується якщо розрахункове значення критерію Ст'юдента менше критичного табличного значення, для $n=3$, $P=0.95$, $t_{\text{tabl}} = 4.303$

При цьому порівняння проводилось між базовою лабораторією та кожним з учасників міжлабораторних порівняльних випробувань. За результатами застосування критерія Ст'юдента для втрати маси зразків (%) виявлено, що експериментальні дані (математичні сподівання) 5-ти лабораторій № 2 ($t = 4,739$), № 3 ($t = 13,471$), № 7 ($t = 6,363$), № 11 ($t = 5,693$) та № 13 ($t = 12,483$) не відповідають (суттєво відрізняються) даним, що отримані базовою лабораторією.

Для максимальної температури (°C) летких продуктів згоряння експериментальні дані (математичні сподівання) 2-х лабораторій № 9 ($t = 5,023$) та № 11 ($t = 5,525$) не відповідають (суттєво відрізняються) даним, що отримані базовою лабораторією. Встановлення причин цього факту потребує додаткових експериментальних та аналітичних досліджень факторів, які могли вплинути на процес проведення випробувань.

Після того, як перевірено правильність отриманих даних перевіримо прецизійність, з якою ці дані отримувались. Для цього застосуємо критерії Фішера та Кохрена [8].

Критерій Фішера

$$F = \frac{s_1^2}{s_2^2} \quad (6)$$

за умови, що $s_1^2 > s_2^2$, де S_1^2, S_2^2 – оцінки дисперсій лабораторії-учасника та базової лабораторії відповідно.

Гіпотеза про однорідність дисперсій відхиляється, якщо розрахункове значення критерію Фішера менше за критичне табличне значення. Для $n = 3$, $P = 0.95$, $F_{tabl} = 19$.

Перевірка може проводитись для кожної лабораторії з ненульовою дисперсією порівняно до дисперсії базової лабораторії. Але оскільки менша дисперсія є ознакою більшої точності є сенс перевіряти лише лабораторії, дисперсія котрих більша за дисперсію базової випробувальної лабораторії.

Розрахункові значення критерію Фішера для максимальної температури (°C) летких продуктів згоряння в лабораторіях-учасниках не перевищують табличне, а отже дисперсії вибірок отриманих даних за цим показником однорідні.

Для втрати маси зразків (%) розрахункові значення критерію Фішера в лабораторіях № 9 ($F = 24,53$) та № 12 ($F = 21,78$) перевищують табличне а отже дисперсії вибірок отриманих даних за цим параметром не однорідні.

Далі проведемо міжлабораторну перевірку результатів усіх лабораторій за критерієм Кохрена. Відповідно до [8] критерій Кохрена розраховують за виразом:

$$C = \frac{S_{\max}^2}{\sum_{i=1}^p S_i^2}, \quad (7)$$

де S_{\max} – найбільше середньоквадратичне відхилення результатів випробувань з усіх лабораторій;

S_i – середньоквадратичне відхилення результатів випробувань кожної лабораторії.

Критерій Кохрена також дозволяє визначити відмінності в дисперсіях та рекомендується в [8]. Отже, робимо перевірку ідентично до критерію Фішера, тобто порівнюємо максимальну дисперсію з дисперсією опорної (базової) лабораторії. Гіпотеза, щодо однорідності дисперсій відхиляється якщо розрахункове значення критерію Кохрена перевищує табличне, для $n = 3$, $P = 0.95$, $C_{tabl} = 0.975$.

Розрахунки проводимо для тих самих лабораторій з дисперсією більшою за дисперсію базової лабораторії.

Розрахункові значення критерію Кохрена для всіх лабораторій з дисперсією більшою за дисперсію базової лабораторії за параметрами втрати маси зразків (%) та максимальної температури (°C) летких продуктів згоряння не перевищують табличне значення, а отже дисперсії однорідні.

Висновки:

1. За результатами проведеного аналізу даних, отриманих випробувальними лабораторіями із застосуванням статистичних критеріїв, можна зробити висновки, що незважаючи на виконання випробувань за однією стандартизованою методикою ряд лабораторій (№ 2, № 3, №7, № 11, № 13) отримали дані, які не співпадають з результатами отриманими в базовій лабораторії (№ 6). Це свідчить про невиконання умов повторюваності у випробувальних лабораторіях і вимагає проведення додаткових досліджень для виявлення можливих причин.

2. Отримані результати підтвердили висновки [3] щодо критеріїв Граббса, Фішера та Стьюдента, які є найбільш чутливими для порівняння результатів випробувань лабораторій з базовою лабораторією, що підтверджує їх перспективність застосування для оцінювання

професійного рівня (компетентності) випробувальних лабораторій на відповідність міжнародним вимогам згідно з ДСТУ ISO/IEC 17025:2006 у галузі пожежної безпеки.

3. Результати міжлабораторних порівняльних випробувань за методом визначення групи вогнезахисної ефективності вогнезахисних покриттів дають обґрунтовані підстави щодо проведення досліджень придатності (валідації) зазначеного методу для застосування в акредитованих Національним агенством з акредитації України випробувальних лабораторіях.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Матеріали науково-практичного семінару “Вогнезахист металевих та залізобетонних конструкцій: Засоби та технології вогнезахисту, проектування та виконання робіт, оцінювання вогнестійкості та сертифікація”. Київ. 24 липня 2008 р.
2. НАПБ Б.01.012–2007 Правила з вогнезахисту. Затверджено наказом МНС України від 2 липня 2007 р. № 460 та зареєстровано в Міністерстві юстиції України 24 липня 2007 р. № 849/14116.
3. Харченко І.О., Згуря В.І., Запольський Л.Л. “Аналіз результатів міжлабораторних порівняльних випробувань, які отримано при визначенні групи горючості зразків пластифікованої плівки”. Науковий вісник УкрНДІПБ № 1(15), Київ. 2007. – С.38 - 51.
4. Згуря В.І., Козир О.В., Запольський Л.Л. «Оцінювання результатів міжлабораторних порівняльних випробувань з визначення показників якості піноутворювачів загального призначення». Науковий вісник УкрНДІПБ № 2(18), Київ. 2008. – С.122-130.
5. ДСТУ ISO/IEC 17025: 2006 Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій.
6. ISO/IEC 43-1–2004 Проверка лаборатории на качество проведения испытаний посредством межлабораторных сличений. Часть 1. Разработка и реализация программ проверки на качество проведения испытаний.
7. ГОСТ 16363-98 Средства огнезащиты для древесины. Методы определения огнезащитных свойств.
8. ДСТУ ГОСТ ISO 5725-2:2005 Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 2. Основний метод визначення повторюваності і відтворюваності стандартного методу вимірювання (ГОСТ ISO 5725-2–2003, IDT).
9. Володарський Е.Т., Харченко І.А., Згуря В.І., Молочков В.І. «Корректность применения критерия Граббса при анализе результатов испытания с тремя элементами»//Системи обробки інформації-Харків.-2007-Вип.6(64)-С.20-22.

