



Statens vegvesen



Statistiske metoder ved gjennomføring av ringanalyser

NAMet-seminar 18. januar 2023
Radisson BLU Scandinavia Hotel, Oslo

Arnhild Ulvik, Statens vegvesen




Noen eksempler på utførte ringanalyser

Region midt
Resursavdelingen
Lab- og vegteknologiseksjonen
01.12.2013



Ringanalyser 2012
for kulemølle, micro-Deval, Los Angeles og flisighetsindeks.

Drift og vedlikehold
Laboratorier og grunnboring
Laboratorium midt
27.08.2020




Ringanalyse for kulemølle



VTI notat 7-2017
Utgivningsår 2017
www.vti.no/vti/publikasjoner






Vegdirektoratet og Region Midt
Vegavdelingen, Ressursavdelingen
Drift, vedlikehold og vegteknologi, Lab- og vegteknologi,
Mars 2018

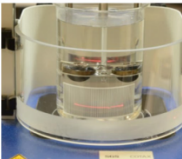


Ringanalyse på polymer-modifisert bitumen 2017
NAMet Bindemidler

STATENS VEGVESENS RAPPORTER **Nr. 679**







STATENS VEGVESENS RAPPORTER




VEITEKNISK INSTITUTE
TEKNOLOGI • INFRASTRUKTUR • MILJØ

RINGANALYSE
Ekstraksjon/forbrenning av

April 2022
Anne Stine Taraldsen, Veiteknisk Institutt

Jämförande provning – Ballast 2015
Flisighetsindex, korndensitet och kulkvarn

Håkan Arvidsson

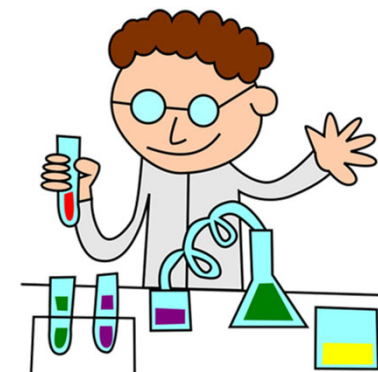


The participating plant contractors, or participant
Nynas Oy,
Pöytäkirja
1 (6)

Dynamic viscosity (rot) at 135 °C	EN 12586
Resoling point, Peasas	EN 13302
Softening point R+B	EN 12593
Flash point, COC	EN 1427
IPFOT	EN ISO 2593
Change of mass	EN 12607-1
Resoling at 25 °C	EN 1426
Penetration	EN 1427
Softening point R+B	EN 1427
Change in softening point	EN 12586
Dynamic viscosity at 60 °C	
Dynamic viscosity at 60 °C	

Generelt om ringanalyser

- Ringanalyser er et ledd i kvalitetssikring av laboratoriene
- Ringanalyser kan vise hvor pålitelig en analysemetode er
- Laboratorier deltar på likest mulige vilkår (likt utstyr og prøvemateriale), og utføres så likt som mulig (like prosedyrer)
- Viktig at det er den som vanligvis utøver metoden(e), også gjør det i ringanalysen
- Store avvik i resultater skyldes enten feilkilder ved analysemetoden, eller ved laboratoriet (apparatutrustning/utførelse)
- Mindre avvik må alltid påregnes



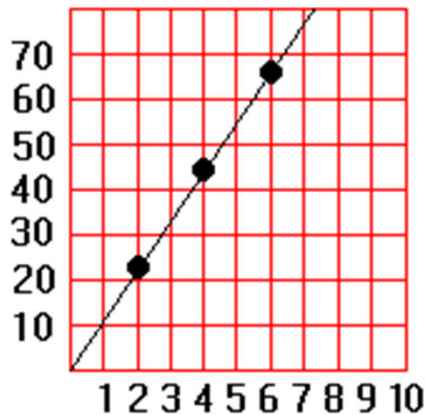
Standarder som benyttes ved ringanalyser

- ISO 5725-1:1994: Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results-Part 1:General principles and definitions
- ISO 5725-2:2019: Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results-Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method
- ISO 5725-6:1994: Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results-Part 6: Use in practice of accuracy values
- NS-EN 932-6:1999: Definisjoner av repeterbarhet og reproduserbarhet

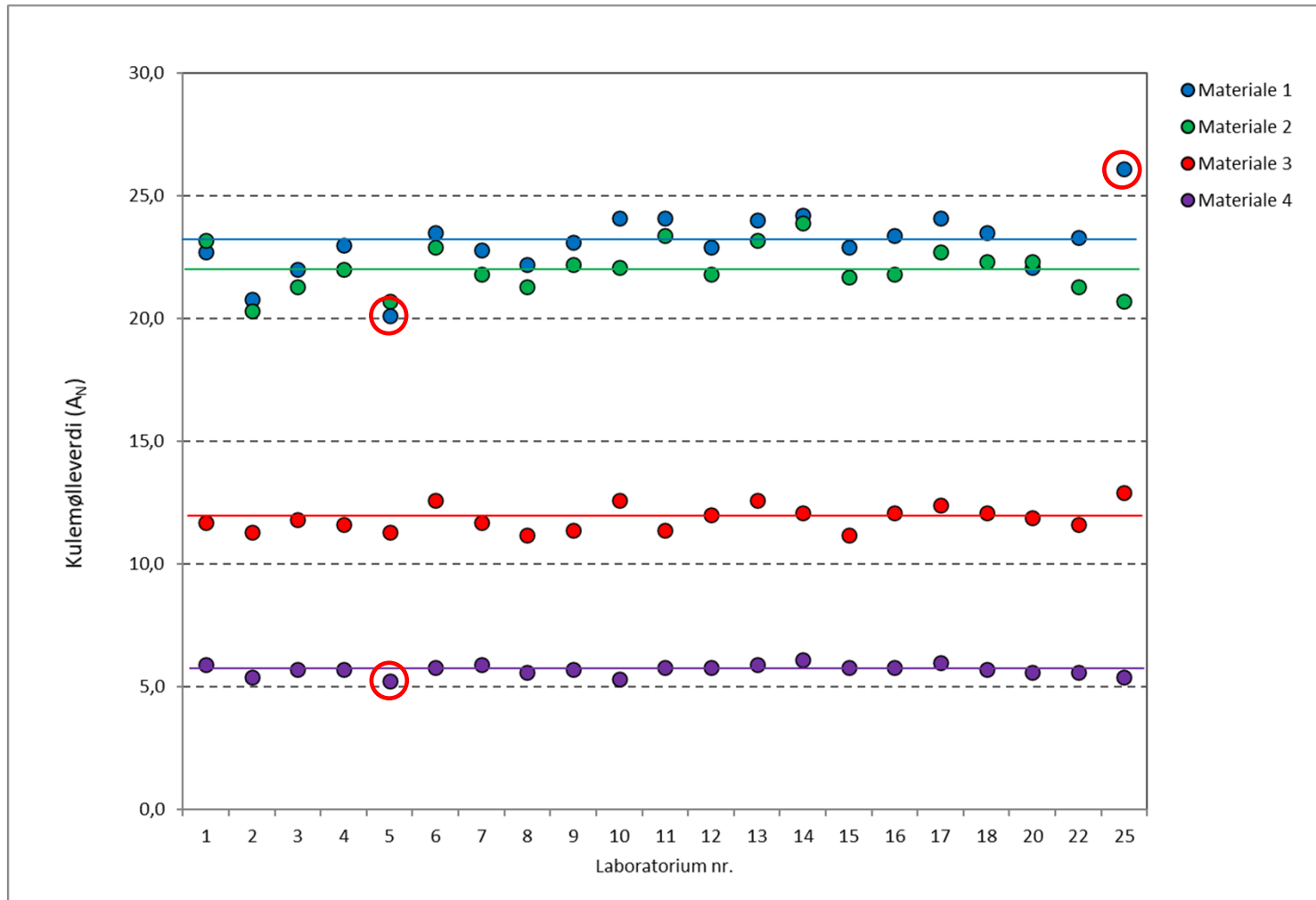


Betingelser fra ISO-standardene (ISO 5725)

- deltakende laboratorier skal (helst) velges ut tilfeldig ut fra ulik erfaring med metode
- minst åtte laboratorier bør delta for å sikre godt nok statistisk grunnlag
 - med 5-7 deltakende laboratorier vil statistisk grunnlag være mer usikkert
 - med 2-4 deltakende laboratorier vil statistisk grunnlag være lite pålitelig
- minst tre materialer med ulik kvalitet bør inngå i analysen (for å få spredning)



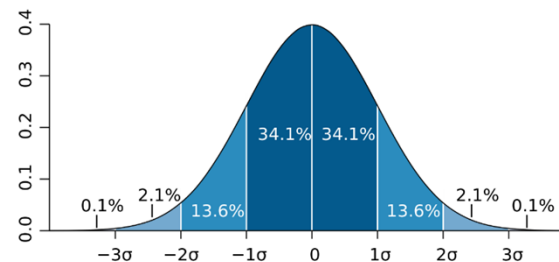
Enkel grafisk framstilling av ringanalyseresultater



- Kan se verdier som skiller seg ut mellom laboratorier, men avdekker ikke variasjoner mellom paralleller eller om variasjonene er akseptable

Statistisk behandling av resultatene

- Det finnes flere statistiske metoder for å beregne om verdier i en serie avviker vesentlig fra de andre
- Cochrans test avdekker store interne avvik mellom paralleller
- Mandels k-statistikk beskriver variasjoner internt innen hvert enkelt laboratorium (hvis flere paralleller)
- Mandels h-statistikk bedømmer analysenes ensartethet mellom laboratoriene som inngår i en ringtest
- Grubbs' test er en tredje metode som benyttes til å påvise store avvik. Kun de mest ekstreme verdiene (høyest og lavest) i en serie behandles. Kan også være aktuelt å utføre for to høyeste/laveste verdier
- Youden plott er en fjerde metode, og bygger på standardavvik



«Outliere» og «stragglere»

- Verdier i en prøveserie som avviker vesentlig fra de andre betegnes som «outliere», eller «uteliggere» på norsk. De kan oppstå ved uhell, feil ved utstyret, eller ved målefeil. Tilstedeværelse av «outliere» kan føre til misvisende resultat.
- Verdier som ikke er like ekstreme, men som likevel avviker en god del fra «normalen» kalles «stragglere». «Straggler» kan oversettes til «landstryker» på norsk. «Straggler»-verdier anses for å være akseptable.



Cochrans test

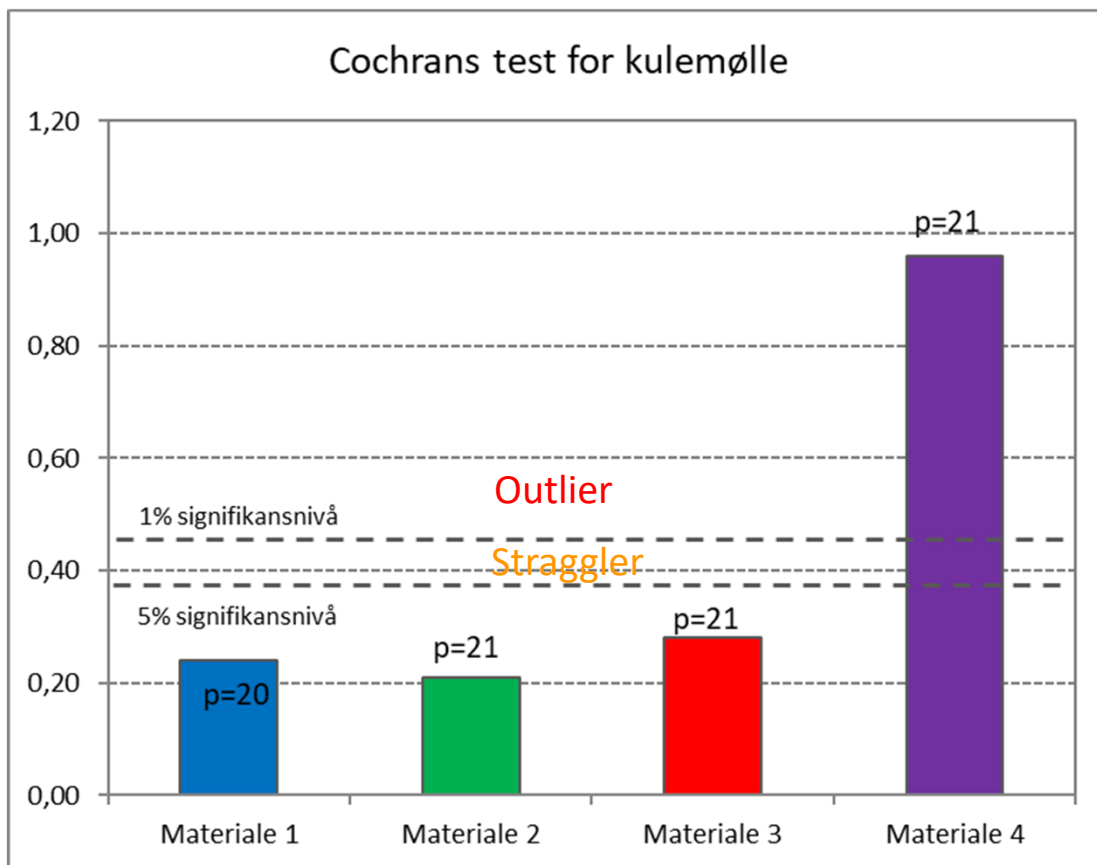
- Cochrans test kan påvise om enkelte laboratorier har for store interne avvik mellom parallellene
- Ut fra kritiske verdier som varierer med antall paralleller og antall deltakende laboratorier, vurderes det om enkeltanalyser kan betegnes som «outlier» eller «straggler». «Outlier» - verdier skal forkastes.
- De kritiske verdiene for Cochrans test leses av fra tabell i ISO 5725-2

William G. Cochran



1909-1980

Cochrans test



Fra tabell i ISO 5725-2

p	n = 2	
	1 %	5 %
2	—	—
3	0,993	0,967
4	0,968	0,906
5	0,928	0,841
6	0,883	0,781
7	0,838	0,727
8	0,794	0,680
9	0,754	0,638
10	0,718	0,602
11	0,684	0,570
12	0,653	0,541
13	0,624	0,515
14	0,599	0,492
15	0,575	0,471
16	0,553	0,452
17	0,532	0,434
18	0,514	0,418
19	0,496	0,403
20	0,480	0,389
21	0,465	0,377
22	0,450	0,365
23	0,437	0,354

p = antall laboratorier
n = antall paralleller

Mandels statistiske metode

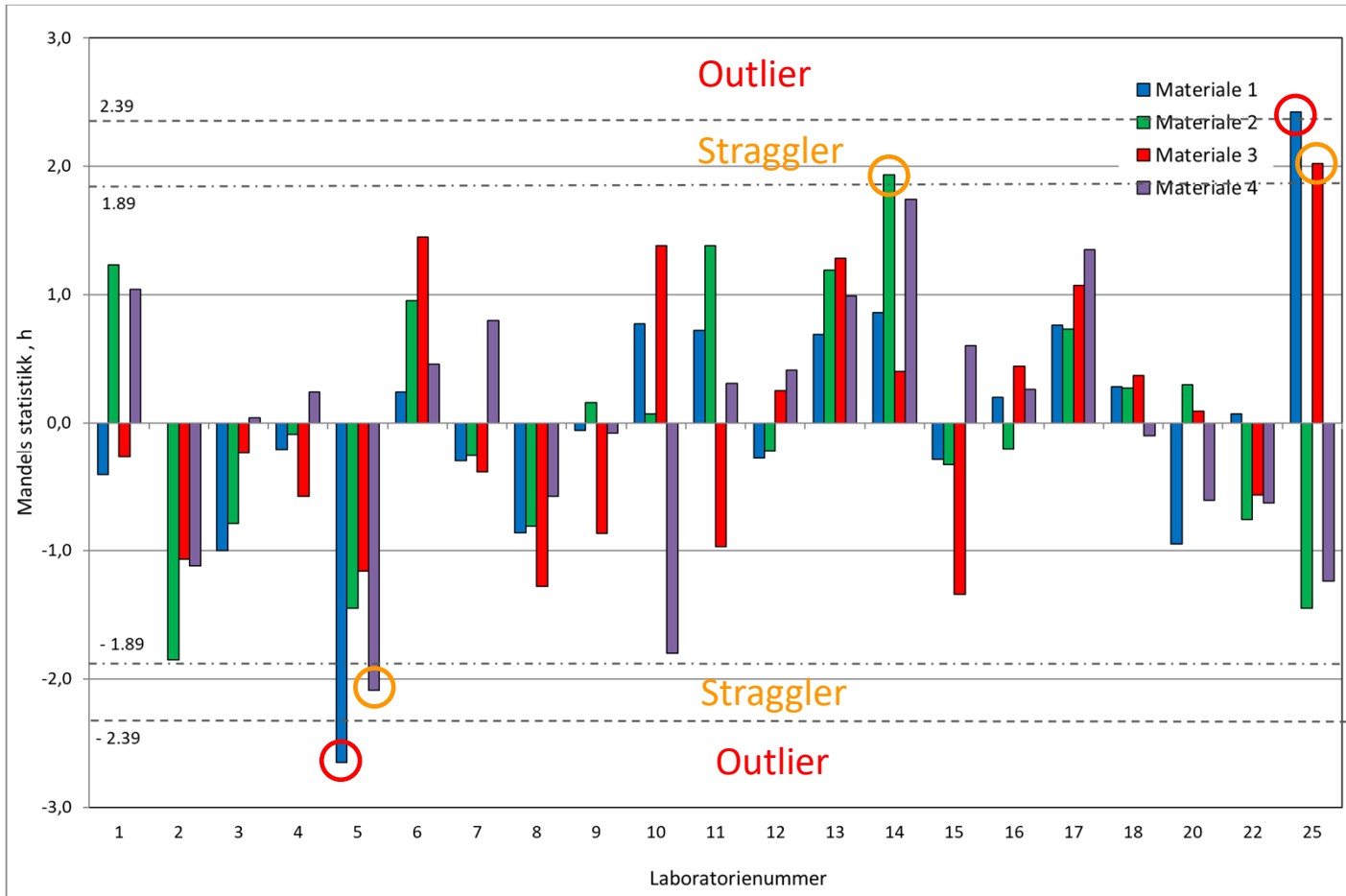
- Kan brukes for å vurdere ensartetheten til analysene. Metode fremstilles gjerne grafisk.
- Mandels k-statistikk beskriver variasjoner internt innen hvert enkelt laboratorium (der det er flere paralleller), mens Mandels h-statistikk bedømmer analysenes ensartethet mellom laboratoriene som inngår i en ringtest
- Beregnede kritiske verdier for Mandels h- og k-statistikk leses av fra egne tabeller i ISO 5725-2, avhengig av antall deltagende enheter og antall paralleller
- Avvikende verdier overskrider signifikansnivå 1 % og 5 %
 - kritisk verdi med «outlier» er større enn 1 %
 - verdier mellom 1-5 % betegnes som «straggler»
 - verdier under signifikansnivå 5 % anses som normale

John Mandel



1914-2007

Mandels h-statistikk (mellom laboratorier)



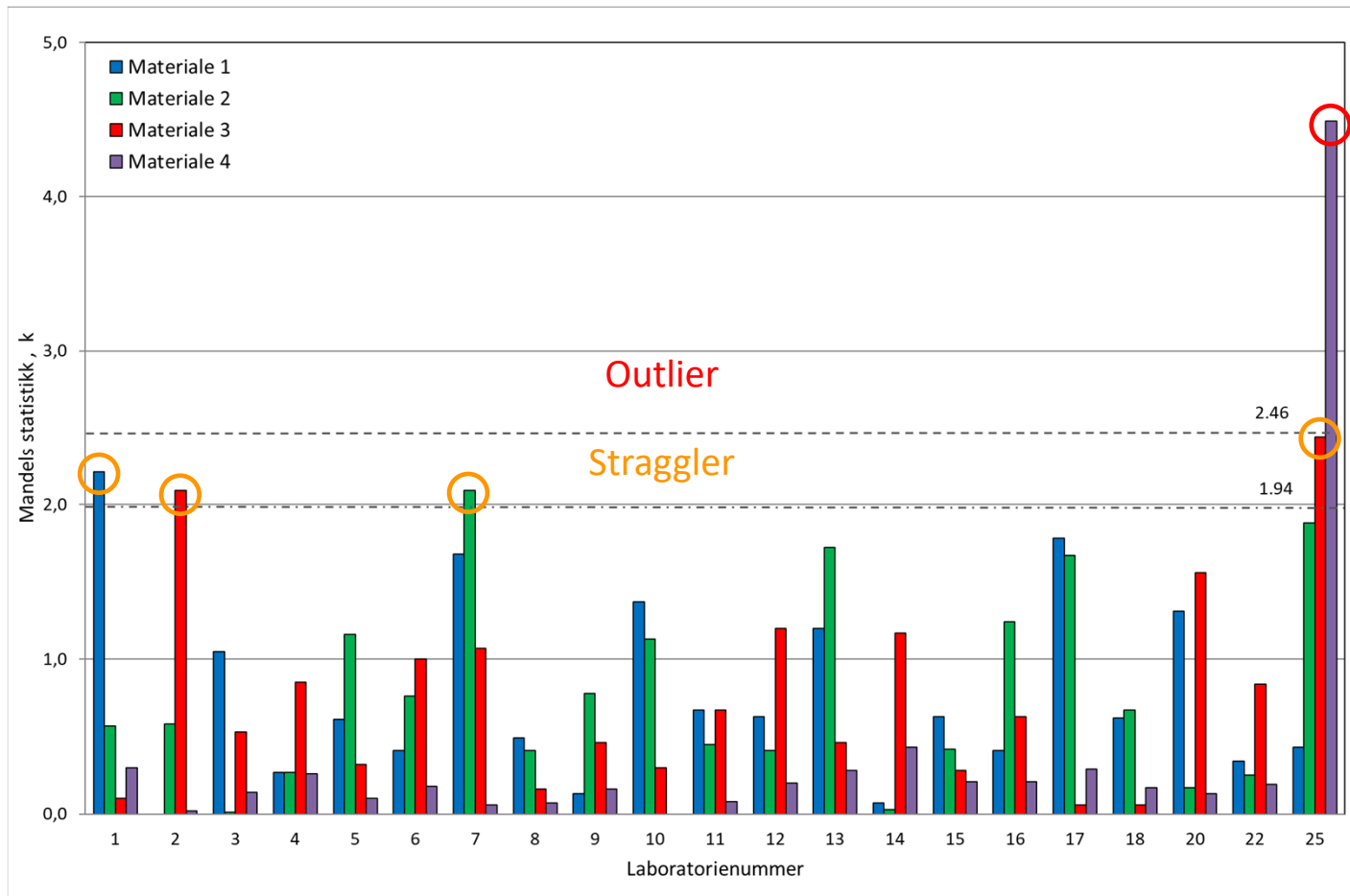
Fra tabell i ISO 5725-2

5 % signifikansnivå 1 % signifikansnivå

p	h	p	h
3	1,15	3	1,15
4	1,42	4	1,49
5	1,57	5	1,72
6	1,66	6	1,87
7	1,71	7	1,98
8	1,75	8	2,06
9	1,78	9	2,13
10	1,80	10	2,18
11	1,82	11	2,22
12	1,83	12	2,25
13	1,84	13	2,27
14	1,85	14	2,30
15	1,86	15	2,32
16	1,86	16	2,33
17	1,87	17	2,35
18	1,88	18	2,36
19	1,88	19	2,37
20	1,89	20	2,39
21	1,89	21	2,39
22	1,89	22	2,40

p = antall laboratorier

Mandels k-statistikk (innad i lab)



Fra tabell i ISO 5725-2

5 % signifikansnivå 1 % signifikansnivå

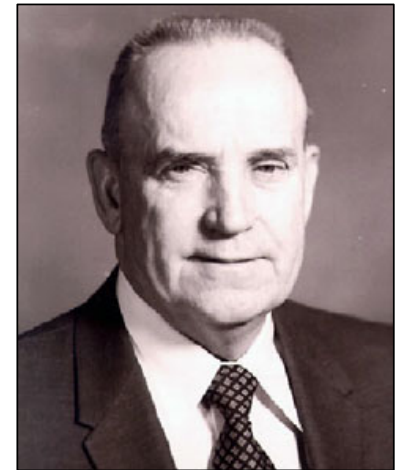
p	5 % signifikansnivå		p	1 % signifikansnivå	
	2			2	
3	1,65		3	1,71	
4	1,76		4	1,91	
5	1,81		5	2,05	
6	1,85		6	2,14	
7	1,87		7	2,20	
8	1,88		8	2,25	
9	1,90		9	2,29	
10	1,90		10	2,32	
11	1,91		11	2,34	
12	1,92		12	2,36	
13	1,92		13	2,38	
14	1,92		14	2,39	
15	1,93		15	2,41	
16	1,93		16	2,42	
17	1,93		17	2,44	
18	1,93		18	2,44	
19	1,93		19	2,44	
20	1,94		20	2,45	
21	1,94		21	2,46	
22	1,94		22	2,46	

p = antall laboratorier

Grubbs' test

- Grubbs' test benyttes til å påvise «outliere». Først tallfestes hvor langt unna en enkeltverdi ligger fra de andre verdiene i en serie. Deretter beregnes forholdstallet fra forskjellen mellom en «outlier» og gjennomsnittlig standardavvik.
- Grubbs' test behandler de mest ekstreme verdiene (høyest og lavest) i en serie, eller også de to høyeste/laveste verdiene. Tabeller med kritiske grenseverdier for Grubbs' test benyttes.

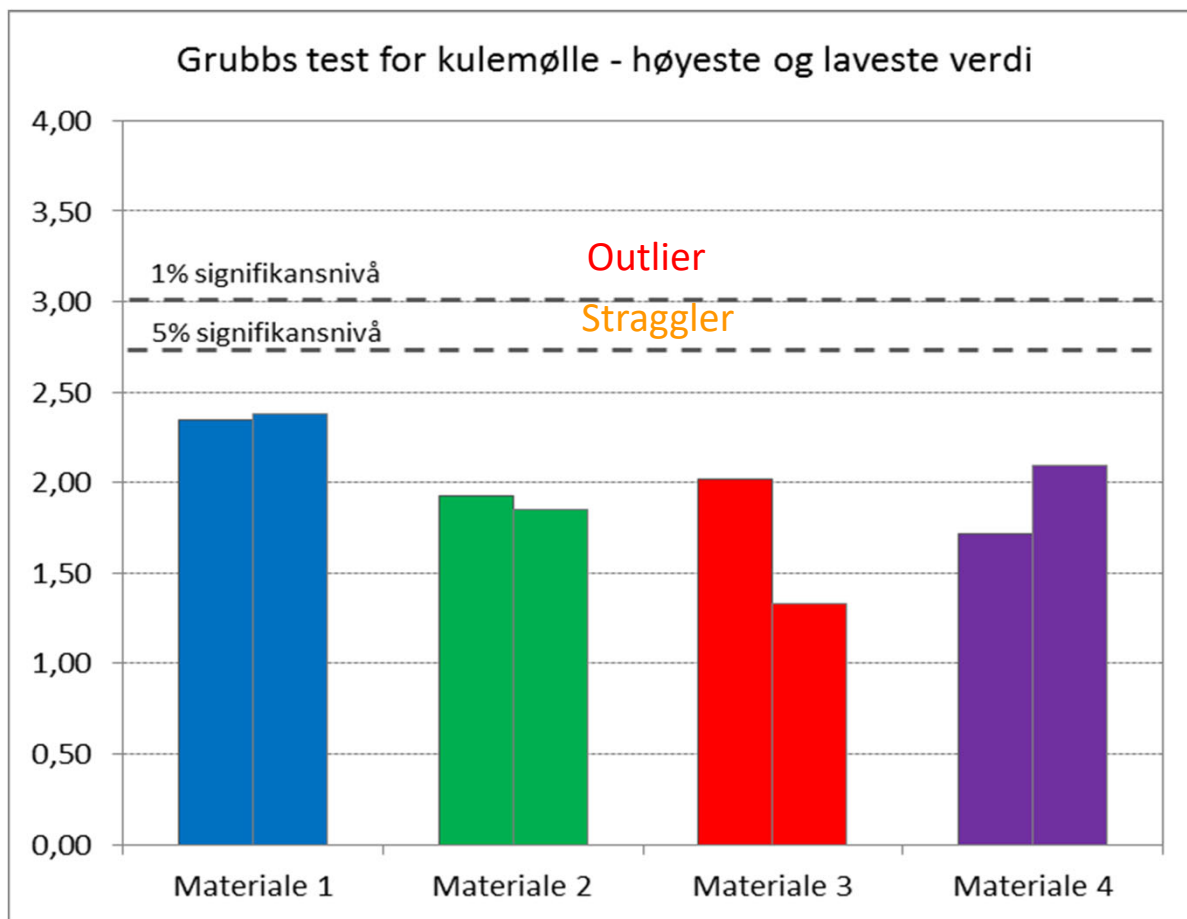
Frank Ephraim Grubbs



1913-2000

Grubbs' test

Fra tabell i ISO 5725-2



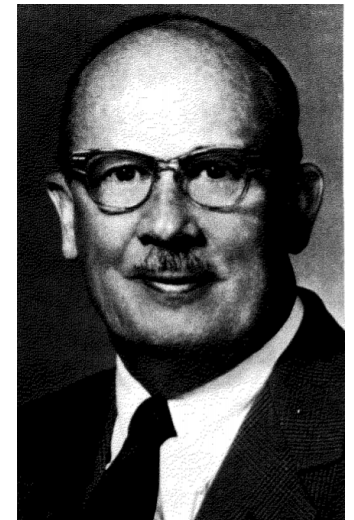
p	One largest or one smallest	
	Upper 1 %	Upper 5 %
15	2,806	2,549
16	2,852	2,585
17	2,894	2,620
18	2,932	2,651
19	2,968	2,681
20	3,001	2,709
21	3,031	2,733
22	3,060	2,758

$p = \text{antall laboratorier}$

Youden-plott

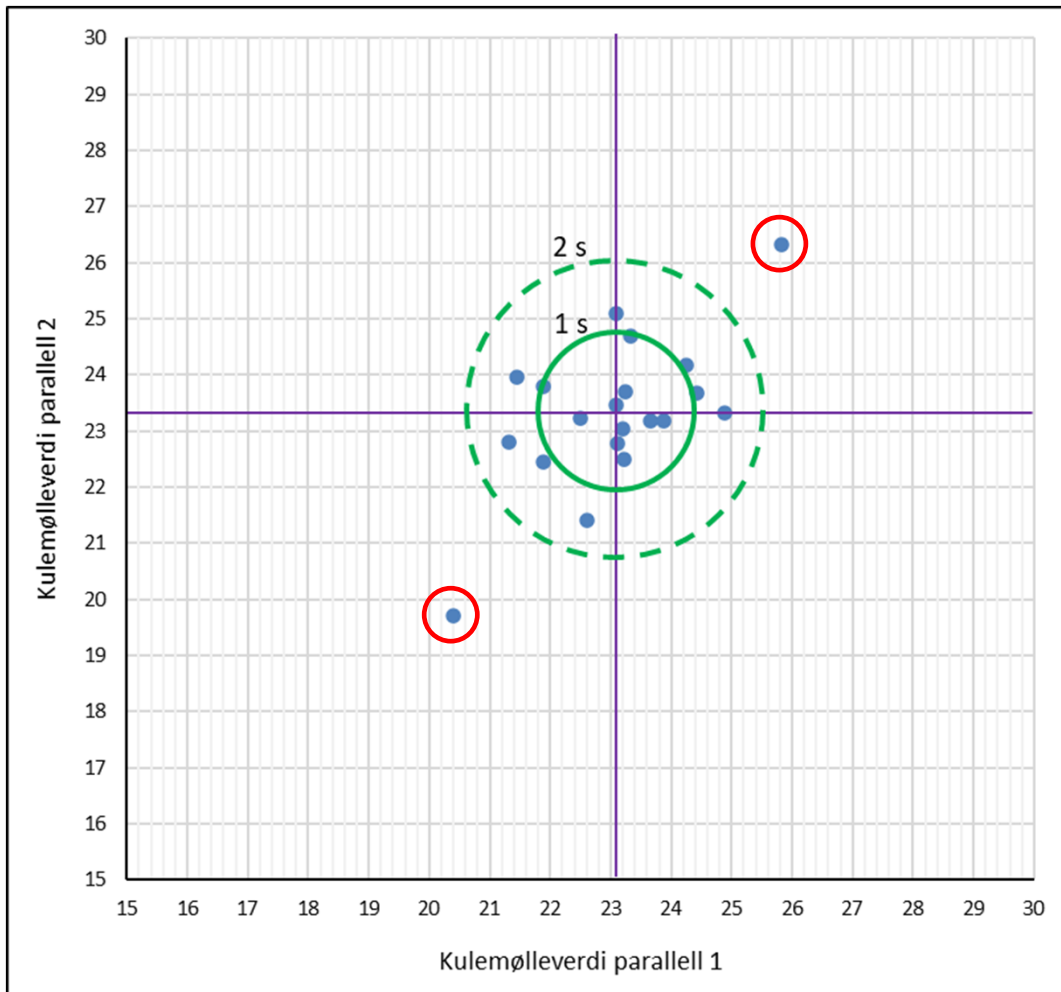
- Youden-plott er en grafisk framstilling av resultater der hvert laboratorium har utført to paralleller på samme materiale
- Det er en enkel, men effektiv metode for å sammenligne variasjon innad i lab (repeterbarhet) og mellom labor (reproduserbarhet)
- Analyseresultatene bygger i hovedsak på gjennomsnittsverdi og standardavvik. Analyseresultater som er større enn 2 ganger standardavvik er «outliere»

William J. Youden



1900-1971

Youden-plott



- Enkeltresultat fra paralleller måles opp mot hverandre
- Gjennomsnittsverdi for parallellene markeres som akser
- 1 og 2 ganger standardavvik plottes rundt midtpunktet
- Analyseresultater som er større enn 2 ganger standardavvik er «outliere»

Detaljer fra statistisk behandling

- Et skjematisk oppsett med beregnede verdier utarbeides
- «Outliere» og «stragglere» markeres for hver statistiske metode som er brukt, og knyttes til hvilke laboratorier det gjelder
- Tallverdier for «outliere» og «stragglere» angis

Kulemølle	Materiale 1	Materiale 2	Materiale 3	Materiale 4
Antall laboratorier	20	21	21	21
Gjennomsnittsverdi (m)	23,08	22,03	11,87	5,69
Repetierbar varians s_r^2	0,643	0,632	0,328	0,682
Mellom lab-variens s_L^2	1,092	0,589	0,115	0,298
s_m^2	1,414	0,905	0,279	0,043
Reproduserbar varians s_R^2	1,734	1,221	0,442	0,384
Repeterbart standardavvik s_r	0,802	0,795	0,573	0,826
Reproduserbart standardavvik s_R	1,317	1,105	0,665	0,620
$V=s_R/s_r$	1,64	1,39	1,16	0,75
Repetierbar grense $r=2.8 * s_r$	2,25	2,23	1,60	2,31
Reproduserbar grense $R=2.8 * s_R$	3,69	3,09	1,86	1,74

"Outlier" laboratorium Mandels (h)	5 og 25	-	-	-
Beregnete verdier på "outliere"	2,65 og 2,42	-	-	-
"Stragglere" laboratorium Mandels (h)	-	14	25	5
Beregnete verdier på "stragglere"	-	1,93	2,02	2,09
Mandel's h 1% - kritisk verdi	2,39	2,39		
Mandel's h 5% - kritisk verdi	1,89	1,89		
"Outlier" laboratorium Mandels (k)	-	-	-	25
Beregnete verdier på "outliere"	-	-	-	4,49
"Stragglere" laboratorium Mandels (k)	1	7	2 og 25	-
Beregnete verdier på "stragglere"	2,21	2,09	2,09 og 2,44	
Mandel's k 1% - kritisk verdi	2,45	2,46		
Mandel's k 5% - kritisk verdi	1,94	1,94		

Cochran's test	0,24	0,21	0,28	0,96
1% signifikansnivå - kritisk verdi	0,48	0,46		
5% signifikansnivå - kritisk verdi	0,39	0,38		

Grubbs test øvre (1) G_{21}	2,35	1,93	2,02	1,72
Grubbs test nedre (1) G_1	2,38	1,85	1,33	2,09
Grubbs test øvre (2) $G_{21,20}$	0,66	0,69	0,66	0,74
Grubbs test nedre (2) $G_{1,2}$	0,51	0,69	0,81	0,58
Grubbs test øvre/nedre 1% (1 stk)	3,03			
Grubbs test øvre/nedre 5% (1 stk)	2,73			
Grubbs test øvre/nedre 1% (2 stk)	0,38			
Grubbs test øvre/nedre 5% (2 stk)	0,46			

stragglere

outlier

Repeterbarhet (r) og reproduserbarhet (R)

- Repeterbarhet (r) uttrykker i hvilken grad gjentatte målinger på samme materiale og med samme metode stemmer over ens, når de **utføres under mest mulig like betingelser**. Målingene utføres i samme laboratorium, med samme utstyr og av samme person.

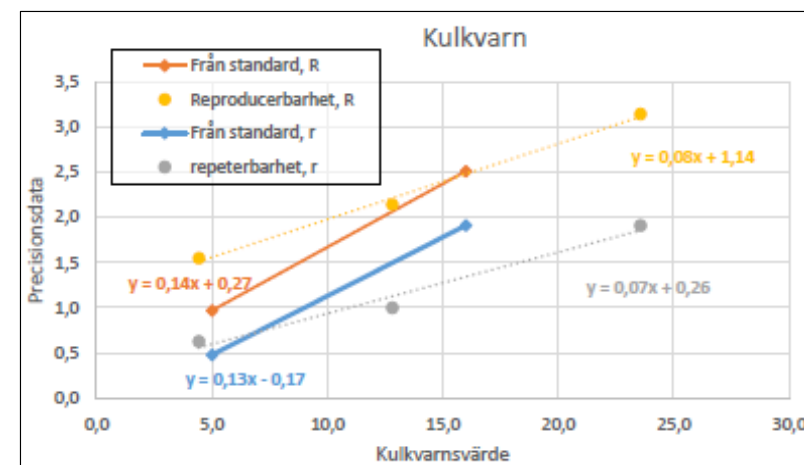
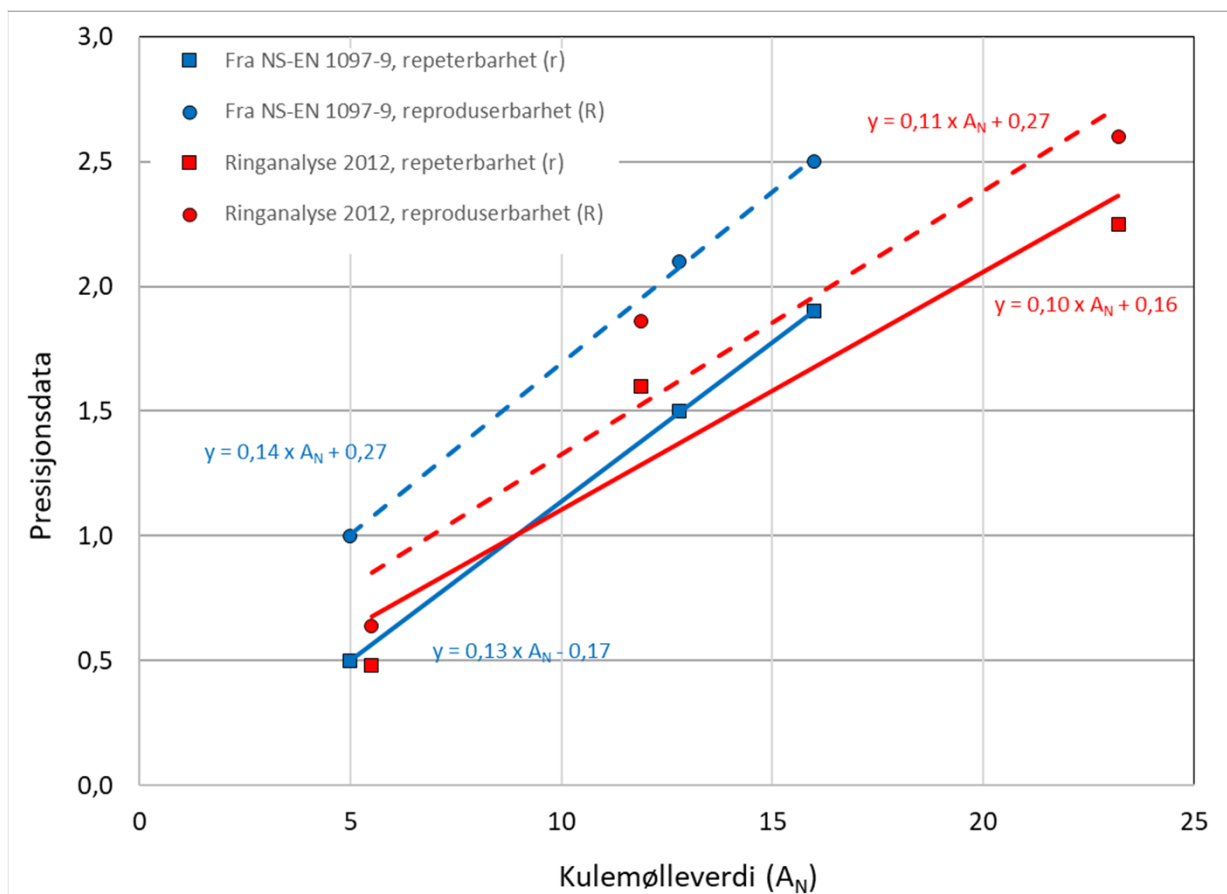
Systematiske repeterbarhetsundersøkelser gjøres ofte som ledd i bedømmelse av en analyse eller målemetode, for å få kunnskap om måleusikkerheten ved metoden.

- Reproduserbarhet (R) uttrykker i hvilken grad gjentatte målinger på samme materiale med samme målemetode stemmer over ens, når de **utføres under varierende betingelser**. De varierende betingelsene kan dreie seg om at målingene utføres i ulike laboratorier, det er ulike personer som utfører målingene med forskjellig utstyr og ved forskjellig tidspunkt.

Systematiske reproduserbarhetsundersøkelser gjøres ofte som ledd i bedømmelse av en analyse- eller målemetode, for å få kunnskap om måleusikkerheten ved metoden. Spredningen i resultater ved reproduserbarhetsundersøkelser vil være større enn ved repeterbarhetsundersøkelser.

Repeterbarhet (r) og reproduserbarhet (R)

- Ringanalyseresultatene kan uttrykke presisjonsdata for en metode



Oppsummering

- Ringanalyser er viktige for kvalitetssikringen i et laboratorium
- Gjennomføring av ringanalyser er standardisert
- I ringanalyser bør minst 8 deltakende laboratorier inngå, med minimum 3 prøvematerialer med ulik kvalitet
- Tallmaterialet behandles statistisk etter bestemte metoder
- Sterkt avvikende resultater lukes ut, og laboratorier med disse gis beskjed om det for å finne årsaken
- Nye beregninger foretas etter at «outliere» er fjernet
- Repeterbarhet (r) og reproduserbarhet (R) kan beregnes

