Lidija Djurdjevac-Ignjatović*, Dragan Ignjatović*, Ivana Jovanović*

STATISTICAL PROCESSING THE RESULTS OF INTERLABORATORY TESTING THE CONSISTENCY OF SOIL – THE ATTERBERG LIMITS (LIQUID, PLASTICITY AND SHRINKAGE LIMIT)**

Abstract

This paper presents the results of interlaboratory testing the soil consistency – the Atterberg limits (liquid, plasticity and shrinkage limit). The tests were performed on representative samples of soil. The results were analyzed in two ways: numerical method – the Cochran test of precision and graphical interpretation – calculation of z value in accordance with the Standard ISO 5725-2 [1]. The followings were calculated: variance of repeatability S_r^2 , interlaboratory variance S_L^2 and reproducibility variance S_R^2 . The samples were distributed by the method of divisibility to all participating laboratories.

Keywords: statistical data processing, consistency of soil, the Atterberg limits

1 INTRODUCTION

The results of interlaboratory testing the soil consistency are present. It is prescribed that testing the limits of consistency of soil is done in accordance with the Standard *SRPS U.B1.020: 1980*. [9]. Samples were appropriately prepared, packaged and delivered to the other two laboratories according to the relevant standards and procedures. By participation in interlaboratory testing, the laboratories meet the requirements prescribed by the Standard 17025, and thus perform the checking of qualification the laboratory for application of these methods and accuracy of output test results to the users of services. The variances of repeatability and reproducibility are also estimated.

Three accredited laboratories participated in these testing. Interlaboratory testing the limits of soil consistency was performed in accordance with the Standard *SRPS U.B1.020: 1980* [3].

A representative sample of soil was prepared for each laboratory, in the amount prescribed by the Standard *SRPS U.B1.020: 1980*. Samples were properly packaged and delivered in two other laboratories [4,5].

By participation in interlaboratory testing, the laboratories meet the requirements prescribed by the Standard 17025, and thus perform the checking of qualification the laboratory for application of these methods and accuracy of output test results to the users of services. The variances of repeatability and reproducibility are also estimated.

* Institut za rudarstvo i metalurgiju Bor, Zeleni bulevar 35, Bor,
e-mail: lidijadjurdjevacignjatovic@irmbor.co.rs

** This work is the result of Project No. 33021, "Research and Monitoring the Changes of Stress-strain State in the Rock Massif "in-situ" Around the Underground Rooms with Development a Model With a Special Review to the Tunnel of the Krivelj River and Jama Bor", funded by the Ministry of Education, Science and Technological Development of the Republic of Serbia

2 RESULTS OF INTERLABORATORY TESTING AND DISCUSSION

2.1 Determination the liquid limit (w_L)[1,2]

The aims of conducting such tests, are among others:

- Checking the whole laboratory work;
- Control the laboratory employees at individual testing;
- Establishing the efficiency of test methods, with the aim of giving the accurate output results to the users of laboratory services [6].

Table 1 presents the results of inter-laboratory determination the liquid limit (w_L) on samples with marks of 1A-3A and calculated average value and standard deviation. The results of the Cochran test are shown in Table 2, while Tables 3 and 4 respectively show the results of z-value and values of variances for liquid limits (w_L). Figure 1 presents a graph of z values.

Table 1 Results of interlaboratory determination the liquid limits (w_L)

Designation of laboratory	First sample 1	Second sample 2	Third sample 3	Average value $\bar{x}$	Standard deviation s	Square of standard deviations s^2
1	30.85	30.60	30.71	30.72	0.125	0.016
2	30.82	30.74	30.66	30.74	0.08	0.0064
3	30.90	30.50	30.90	30.77	0.23	0.053
General average value $\bar{\bar{x}}$				$\sum \bar{x}/3 = 30.74$		
Sum of squares of standard deviations $\sum s^2$						= 0.0753

Table 2 Results of the Cochran test for liquid limits (w_L)

Laboratory	Test value S^2	C value	Critical values*		Comments	Score
			1%	5%		
3	0.053	0.707	0.942	0.871	$C \leq C_{tab}(5\%)$	Correct

Table 3 Calculated z values for liquid limits (w_L)

Laboratory	Calculated z values	Score
1	-0.126	correct
2	0	correct
3	0.189	correct

Figure 1 Graph of z value for liquid limits (w_L)

Table 4 Calculated values of variances for liquid limits (w_L)

S_r^2	S_r	S_L^2	S_L	S_R^2	S_R
0.0251	0.158	0.0000* (-0.0086)	0	0.0251	0.158

2.2 Determination the plasticity limit (w_p)

Table 5 presents the results of inter-laboratory determination the plasticity limit (w_p) on samples with marks of 1A-3A and calculated average value and standard deviation. The results of the

Cochran test are shown in Table 6, while Tables 7 and 8 respectively show the results of z -value and values of variances for plasticity limits (w_p). Figure 2 presents a graph of z values.

Table 5 Results of interlaboratory determination the plasticity limits (w_p)

Designation of laboratory	First sample 1	Second sample 2	Third sample 3	Average value $\bar{x}$	Standard deviation s	Square of standard deviations s^2
1	16.47	16.74	16.62	16.61	0.135	0.018
2	16.67	16.56	16.42	16.55	0.125	0.016
3	16.50	16.45	16.52	16.49	0.036	0.0013
General average value $\bar{\bar{x}}$				$\sum \bar{x}/3 = 16.55$		
Sum of squares of standard deviations $\sum s^2$						= 0.0353

Table 6 Results of the Cochran test for plasticity limits (w_p)

Laboratory	Test value S^2	C value	Critical values		Comments	Score
			1%	5%		
1	0.018	0.514	0.942	0.871	$C \leq C_{tab}(5\%)$	Correct

Table 7 Calculated z values for plasticity limits (w_p)

Laboratory.	Calculated z values	Score
1	0,555	correct
2	0	correct
3	-0,555	correct

Figure 2 Graph of z value for plasticity limits (w_p)**Table 8** Calculated values of variances for plasticity limits. (w_p)

S_r^2	S_r	S_L^2	S_L	S_R^2	S_R
0.0117	0.108	0.0000* (-0.0026)	0	0.0117	0.108

2.3 Determination the shrinkage limit (w_s)

Table 9 presents the results of inter-laboratory determination the shrinkage limit (w_s) on samples with marks of 1A-3A and calculated average value and standard deviation. The results of the

Cochran test are shown in Table 10, while Tables 11 and 12 respectively show the results of z-value and values of variances for shrinkage limits (w_s). Figure 3 presents a graph of z values.

Table 9 Results of interlaboratory determination the shrinkage limits (w_s)

Designation of laboratory	First sample 1	Second sample 2	Third sample 3	Average value $\bar{x}$	Standard deviation s	Square of standard deviations s^2
1	14.88	14.62	14.76	14.75	0.130	0.0169
2	14.25	14.18	14.02	14.15	0.077	0.0059
3	14.10	14.40	13.80	14.10	0.3	0.090
General average value $\bar{\bar{x}}$				$\sum \bar{x}/3 = 14.33$		
Sum of squares of standard deviations $\sum s^2$						= 0.1128

Table 10 Results of the Cochran test for shrinkage limits (w_s)

Laboratory	Test value S^2	C value	Critical values		Comments	Score
			1%	5%		
3	0.090	0.797	0.942	0.871	$C \leq C_{tab}(5\%)$	Correct

Table 11 Calculated z values for shrinkage values (w_s)

Laboratory	Calculated z values	Score
1	1.06	correct
2	-0.454	correct
3	-0.580	correct

Figure 3 Graph of z value for shrinkage limits (w_s)

Table 1 Calculated values of variances for shrinkage limits (w_s)

S_r^2	S_r	S_L^2	S_L	S_R^2	S_R
0.0376	0.194	0.119	0.345	0.1566	0.396

CONCLUSION

The purpose of interlaboratory testing, conducted between these laboratories, was an evaluation the accuracy of test method for determination the consistency of soil – the Atterberg limit and evaluation the qualification of testing laboratories.

After statistical processing the results using two statistical methods (the Cochran test of accuracy and determination z -value), the following conclusion can be derived: the statistically processed results of testing laboratories, based on criteria of the Cochran critical values are considered as satisfactory [7,8].

The z results of all laboratories are within the limits prescribed by the statistical method of z values, which further indicates the qualification of laboratory for given standard methods for determination the consistency of soil – the Atterberg limit and accuracy of the output results.

Possible influencing factors-effects on the final testing results have to be taken into consideration:

1. Sampling (homogeneity)
2. Preparation of samples (the effect of homogenization or exclusion of a part of samples)
3. Effect of executor
4. Impact of transport

REFERENCES

- [1] D. Urošević, M. Vukičević, N. Davidović, Statistical processing the results of interlaboratory testing the grain size distribution of sand and gravel from the western part of the Kostolac basin, Mining Engineering, 3(2012), ISSN 1451-0162, pp. 261-267
- [2] D. Urošević, I. Jovanović, Z. Bartulović, Statistical processing the results of interlaboratory testing the grain size distribution of stone coal from the coal mine Avramica, Mining Engineering, 1(2013) ISSN 1451-0162, pp. 77-83
- [3] SRPS ISO 5725-2 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
- [4] SRPS ISO 5725-1 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results- Part 1: General principles and definitions
- [5] E. Barišić, D. Sekulić, I. Petrak, Evaluation the Qualification of Laboratories Through Regional Interlaboratory Testing the Compressive Strength of Concrete, Institute of Civil Engineering, Department for Concrete and Built Structures, Janka Rakuše 1, Zagreb (in Croatian)
- [6] SEMINAR-Processing the Results of Interlaboratory Testing, October 2009, Belgrade
- [7] SRPS 17025 General Requirements for Competence the Laboratory for Testing and Calibration (In Serbian)
- [8] ISO/IEC Guide 43-1:1997, Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons - Part 1: Development and Operation of Proficiency Testing Schemes
- [9] Standard SRPS U.B1.020:1980 Methods for Determination the Soil Consistency – the Atterberg limits (in Serbian)

Lidija Đurđevac-Ignjatović*, Dragan Ignjatović*, Ivana Jovanović*

STATISTIČKA OBRADA REZULTATA MEĐULABORATORIJSKOG ISPITIVANJA KONZISTENCIJE TLA - ATERBERGOVIH GRANICA (GRANICA TEČENJA, PLASTIČNOSTI I SKUPLJANJA)**

Izvod

U radu su prikazani rezultati međulaboratorijskog ispitivanja konzistencije tla - Aterbergovih granica (granica tečenja, plastičnosti i skupljanja). Ispitivanja su izvršena na reprezentativnim uzorcima tla. Rezultati su obrađeni na dva načina i to: numeričkom metodom – Cochran-ov test preciznosti i grafičkom interpretacijom – Računanje z vrednosti u skladu sa standardom SRPS ISO 5725-2 [1]. Izračunate su: varijansa ponovljivosti S_r^2 ; međulaboratorijska varijansa S_L^2 i varijansa obnovljivosti S_R^2 . Uzorci su metodom deljenja dostavljeni svim laboratorijama učesnicima.

Ključne reči: statistička obrada rezultata, konzistencija tla, Aterbergove granice

1. UVOD

Prikazani su rezultati međulaboratorijskog ispitivanja granica konzistencije tla. Propisano je da se ispitivanje granica konzistencije tla vrši u skladu sa standardom SRPS U.B1.020:1980.[9]

Uzorci su na adekvatan način prema odgovarajućim standardima i procedurama pripremljeni, spakovani i isporučeni u ostale dve laboratorije.

Učestvovanjem u međulaboratorijskom ispitivanju, Laboratorije ispunjavaju zahteve propisane standardom 17025, i na taj način vrši provera osposobljenosti Laboratorija za primenu navedenih metoda i tačnosti izlaznih rezultata ispitivanja korisnicima usluga.

Takođe su procenjene i varijanse ponovljivosti i obnovljivosti.

U ovim ispitivanjima učestvovala su tri akreditovane laboratorije. Međulaboratorijsko ispitivanje granica konzistencije tla vršeno je u skladu sa standardom SRPS U.B1.020:1980 [3].

Za svaku laboratoriju pripremljen je reprezentativni uzorak tla, u količini koju propisuje standard SRPS U.B1.020:1980. Uzorci su na adekvatan način spakovani i isporučeni u ostale dve laboratorije [4,5].

Učestvovanjem u međulaboratorijskom ispitivanju, Laboratorije ispunjavaju zahteve propisane standardom 17025, i na taj način se vrši provera osposobljenosti Laboratorija za primenu navedenih metoda i tačnosti izlaznih rezultata ispitivanja korisnicima usluga.

* Institut za rudarstvo i metalurgiju Bor, Zeleni bulevar 35, Bor
e-mail: lidijadurdevacignjatovic@irmbor.co.rs

** Ovaj rad je proistekao kao rezultat projekta 33021 „Istraživanje i praćenje promena naponsko deformacionog stanja u stenskom masivu “in-situ“ oko podzemnih prostorija sa izradom modela sa posebnim osvrtnom na tunel Kriveljske reke i Jame Bor“, koga finansira Ministarstvo prosvete, nauke i tehnološkog razvoja Republike Srbije.

2. REZULTATI MEĐULABORATORIJSKIH ISPITIVANJA I DISKUSIJA

2.1. Određivanje granice tečenja (w_L) [1,2]

Takođe su procenjene i varijanse ponovljivosti i obnovljivosti.

Ciljevi sprovođenja ovakvih ispitivanja, su između ostalog i :

- Provera celokupnog rada laboratorije;
- Provera zaposlenih u laboratoriji pri pojedinačnom ispitivanju;
- Uspostavljanje efikasnosti metode ispitivanja, sa ciljem davanja tačnosti izlaznih rezultata korisnicima usluga laboratorija [6].

U tabeli 1 su dati rezultati međulaboratorijskog određivanja granice tečenja (w_L) na probama sa oznakama od 1A-3A i izračunate srednje vrednosti i standardne devijacije. Rezultati Cochranovog testa prikazani su u tabeli 2, dok su u tabelama 3 i 4 redom prikazani rezultati z-vrednosti i vrednosti varijansi za granice tečenja (w_L). Na slici 1 dat je grafik z vrednosti.

Tabela 1. Rezultati međulaboratorijskog određivanja granice tečenja (w_L)

Oznaka lab.	Prva proba 1	Druga proba 2	Treća proba 3	Srednje vred. $\bar{x}$	Standardna devijacija s	Kvadrat standardnih devijacija s^2
1	30,85	30,60	30,71	30,72	0,125	0,016
2	30,82	30,74	30,66	30,74	0,08	0,0064
3	30,90	30,50	30,90	30,77	0,23	0,053
Opšta srednja vrednost $\bar{\bar{x}}$				$\sum \bar{x}/3$ = 30,74		
Suma kvadrata standardnih devijacija $\sum s^2$						= 0,0753

Tabela 2. Rezultati Cochranovog testa za granice tečenja (w_L)

Lab.	Ispitna vrednost S^2	C vrednost	Kritične vrednosti*		Komentar	Ocena
			1%	5%		
3	0,053	0,707	0,942	0,871	$C \leq C_{tab}(5\%)$	Korektan

Tabela 3. Izračunate z vrednosti za granice tečenja (w_L)

Lab.	Izračunate z vrednosti	Ocena
1	-0,126	korektan
2	0	korektan
3	0,189	korektan

Sl. 1. Grafik z vrednosti za granice tečenja (w_L)

Tabela 4. Izračunate vrednosti varijansi za granice tečenja (w_L)

S_r^2	S_r	S_L^2	S_L	S_R^2	S_R
0,0251	0,158	0,0000* (-0,0086)	0	0,0251	0,158

2.2. Određivanje granice plastičnosti (w_p)

U tabeli 5 su dati rezultati međulaboratorijskog određivanja granice plastičnosti (w_p) uzoraka sa oznakama od 1A-3A i izračunate srednje vrednosti i standardne devijacije. Rezultati Cochranovog testa

prikazani su u tabeli 6, dok su u tabelama 7 i 8 redom prikazani rezultati z-vrednosti i vrednosti varijansi za granice plastičnosti (w_p). Na slici 2 dat je grafik z vrednosti.

Tabela 5. Rezultati međulaboratorijskog određivanja granice plastičnosti (w_p)

Oznaka lab.	Prva proba 1	Druga proba 2	Treća proba 3	Srednje vred. $\bar{x}$	Standardna devijacija s	Kvadrat standardnih devijacija s^2
1	16,47	16,74	16,62	16,61	0,135	0,018
2	16,67	16,56	16,42	16,55	0,125	0,016
3	16,50	16,45	16,52	16,49	0,036	0,0013
Opšta srednja vrednost $\bar{\bar{x}}$				$\sum \bar{x}/3$ = 16,55		
Suma kvadrata standardnih devijacija $\sum s^2$						= 0,0353

Tabela 6. Rezultati Cochranovog testa za granice plastičnosti (w_p)

Lab.	Ispitna vrednost S^2	C vrednost	Kritične vrednosti		Komentar	Ocena
			1%	5%		
1	0,018	0,514	0,942	0,871	$C \leq C_{tab}(5\%)$	Korektan

Tabela 7. Izračunate z vrednosti za granice plastičnosti (w_p)

Lab.	Izračunate z vrednosti	Ocena
1	0,555	korektan
2	0	korektan
3	-0,555	korektan

Sl. 2. Grafik z vrednosti za granice plastičnosti (w_p)

Tabela 8. Izračunate vrednosti varijansi za granice plastičnosti (w_p)

S_r^2	S_r	S_L^2	S_L	S_R^2	S_R
0,0117	0,108	0,0000* (-0,0026)	0	0,0117	0,108

2.3. Određivanje granice skupljanja (w_s)

U tabeli 9 su dati rezultati međulaboratorijskog određivanja granice skupljanja (w_s) uzoraka sa oznakama od 1A-3A i izračunate srednje vrednosti i standardne

devijacije. Rezultati Cochranovog testa prikazani su u tabeli 10, dok su u tabelama 11 i 12 redom prikazani rezultati z-vrednosti i vrednosti.

Tabela 9. Rezultati međulaboratorijskog određivanja granice skupljanja (w_s)

Oznaka lab.	Prva proba 1	Druga proba 2	Treća proba 3	Srednje vred. $\bar{x}$	Standardna devijacija s	Kvadrat standardnih devijacija s^2
1	14,88	14,62	14,76	14,75	0,130	0,0169
2	14,25	14,18	14,02	14,15	0,077	0,0059
3	14,10	14,40	13,80	14,10	0,3	0,090
Opšta srednja vrednost $\bar{\bar{x}}$				$\sum \bar{x}/3 = 14,33$		
Suma kvadrata standardnih devijacija $\sum s^2$						= 0,1128

Tabela 10. Rezultati Cochranovog testa za granice skupljanja (w_s)

Lab.	Ispitna vrednost s^2	C vrednost	Kritične vrednosti		Komentar	Ocena
			1%	5%		
3	0,090	0,797	0,942	0,871	$C \leq C_{tab}(5\%)$	Korektan

Tabela 11. Izračunate z vrednosti za granice skupljanja (w_s)

Lab.	Izračunate z vrednosti	Ocena
1	1,06	korektan
2	-0,454	korektan
3	-0,580	korektan

Sl. 3. Grafik z vrednosti za granice skupljanja (w_s)

Tabela 12. Izračunate vrednosti varijansi za granice skupljanja (w_s)

S_r^2	S_r	S_L^2	S_L	S_R^2	S_R
0,0376	0,194	0,119	0,345	0,1566	0,396

ZAKLJUČAK

Svrha međulaboratorijskog ispitivanja sprovedenog između navedenih laboratorija, bila je ocena preciznosti ispitne metode Određivanje konzistencije tla – Aterbergove granice i ocena sposobnosti ispitnih laboratorija.

Nakon statističke obrade rezultata dvema statističkim metodama (Cochranov test preciznosti i određivanje z-vrednosti), može se izvesti sledeći zaključak: Statistički obrađeni rezultati ispitnih laboratorija, po osnovu Cochranovog kriterijuma kritičnih vrednosti, smatraju se zadovoljavajućim. [7,8]

Z-rezulati svih laboratorija su u zadatim granicama koje propisuje statistička metoda Z-vrednosti, što dalje ukazuje na osposobljenost laboratorija za navedene standardne metode određivanja konzistencije tla – Aterbergovih granica i tačnost izlaznih rezultata.

U obzir treba uzeti i moguće uticajne faktore - efekte na krajnje rezultate ispitivanja:

1. uzorkovanje (homogenost);
2. priprema uzorka (efekat homogenizacije ili izuzimanje dela uzorka);
3. efekat izvršioca;
4. uticaj transporta.

LITERATURA

- [1] D. Urošević, M. Vukičević, N. Davidović, Statistička obrada rezultata međulaboratorijskog ispitivanja granulometrijskog sastava peska i šljunka iz zapadnog dela kostolačkog basena, Rudarski radovi, 3/2012, ISSN 1451-0162, str. 255-260
- [2] D. Urošević, I. Jovanović, Z. Bartulović, Statistička obrada rezultata međulaboratorijskog ispitivanja granulometrijskog sastava kamenog uglja rudnika „Avramica“, Rudarski radovi, 1/2013, ISSN 1451-0162, str. 71-76
- [3] SRPS ISO 5725-2 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
- [4] SRPS ISO 5725-1 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results - Part 1: General principles and definitions
- [5] E. Barišić, D. Sekulić, I. Petrak, Ispitivanje osposobljenosti laboratorija kroz regionalno međulaboratorijsko ispitivanje tlačne čvrstoće betona, Institut građevinarstva Hrvatske Zavod za betonske i zidane konstrukcije, Janka Rakuše 1, Zagreb
- [6] SEMINAR - Obrada rezultata međulaboratorijskog ispitivanja, oktobar 2009, Beograd
- [7] SRPS 17025 Opšti zahtevi za kompetentnost laboratorije za ispitivanje i etaloniranje
- [8] ISO/IEC Guide 43-1:1997, Proficiency testing by interlaboratory comparisons-Part 1: Development and operation of proficiency testing schemes
- [9] Standard SRPS U.B1.020:1980 metode određivanja konzistencije tla – Aterbergovih granica