

标准物质数据处理与管理程序^{*}

冉学臣,王强玲,刘菊英,谭业辉

(国防科技工业 5012 二级计量站,重庆 400023)

摘要:介绍了基于工程和模板的概念编制标准物质数据处理与管理程序思路,解决了标准物质制备过程中均匀性初检、均匀性检验、稳定性评价、标准物质定值、成线性检验以及不确定度评价的数据处理和数据管理难题。

关键词:标准物质;数据处理;工程;模板

中图分类号:O433.4;TP311.1

文献标识码:A

文章编号:1006-0707(2009)04-0011-03

在标准物质制备过程中,数据处理是相当重要的一个环节.这个环节处理得好,对于提高标准物质的制备效率和质量具有重要的作用^[1].

标准物质的数据处理包含的内容有均匀性检验、稳定性评价、标准物质定值、成线性检验以及不确定度评定等,这就增加了数据处理和数据管理的难度.一方面在对标准物质的特性量值进行测量时,由于测试仪器的限制,测试方法的不完善,环境和人员的差异,使得测量结果总是带有误差,不可能得到物质特性量的真值,这就需要采用数理统计的方法对得到的测量数据进行统计分析,科学评价.另一方面,一套标准物质通常包括的元素较多,每个元素成份含量要成梯度,因此需要处理的数据量非常大,不适用于手工计算.

文献^[2-4]分别提出了标准物质数据处理和数据管理的方法,具有很高的使用价值.本文介绍的方法和程序与上述不同之处在于引入了“工程”和“模板”的概念,增加了本程序的适用性.

按标准物质制备过程,将标准物质的均匀性初检、均匀性检验、稳定性评价、标准物质定值、成线性检验以及测量不确定度评定等整个过程作为一个“工程”来管理,这样做便于标准物质制备过程中相关测量数据的统一管理,保证多套标准物质同时制备时不会相互影响.

在标准物质数据处理的记录格式、计算表中引入“模板”的概念,可以实现数据录入,数据导出的标准化操作.将标准化的原始记录格式分发到各测量点或者定值单位,测量点或定值单位将测量数据填入记录表格中,本程序可以直接将测量结果导入程序进行计算,输出标准化的计算

结果.处理后的数据可以直接使用,不需进行二次处理^[5-6].

1 程序结构框图

本软件采用 Microsoft Visual Basic 6.0 编程工具和 Microsoft Access2003、Microsoft Excel 2003 联合编制.适用于 Windows 2000 以上操作系统,内存要求最低 128 M^[7].

本程序采用面向对象的程序设计思想,操作界面友好,具有如下特点:

- 1) 标准物质均匀性初检、均匀性检验、标准物质定值、标准物质成线性检验、标准物质稳定性评价,可以根据需要编辑不同模板实现数据处理标准化,使数据输出成规范的表格形式.
- 2) 测量不确定度评定基本自动完成,形成规范的评定表格,适用于不同标准物质的处理.
- 3) 所有的检验或评价都给出了检验或评价判定条件,使数据处理更加规范和可靠.
- 4) 处理后的数据可以直接使用,不需进行二次处理.导入、导出的数据格式与操作界面的格式一致.
- 5) 导入数据(输入)和形成的报告(输出)完全与 Microsoft Excel 兼容,与本软件交换数据变得非常容易和可靠.避免了重复输入或输出造成的人为误差和工作量的增加.
- 6) 在程序中引用了 Excel 的统计函数,大大提高了数据处理的可靠性和稳定性.
- 7) 对用户(操作者)进行分级管理,增强了数据的安全性.本程序的框图如图 1 所示.

* 收稿日期:2009-01-15

作者简介:冉学臣(1963—),男,重庆人,研究员级高级工程师,主要从事计量研究.

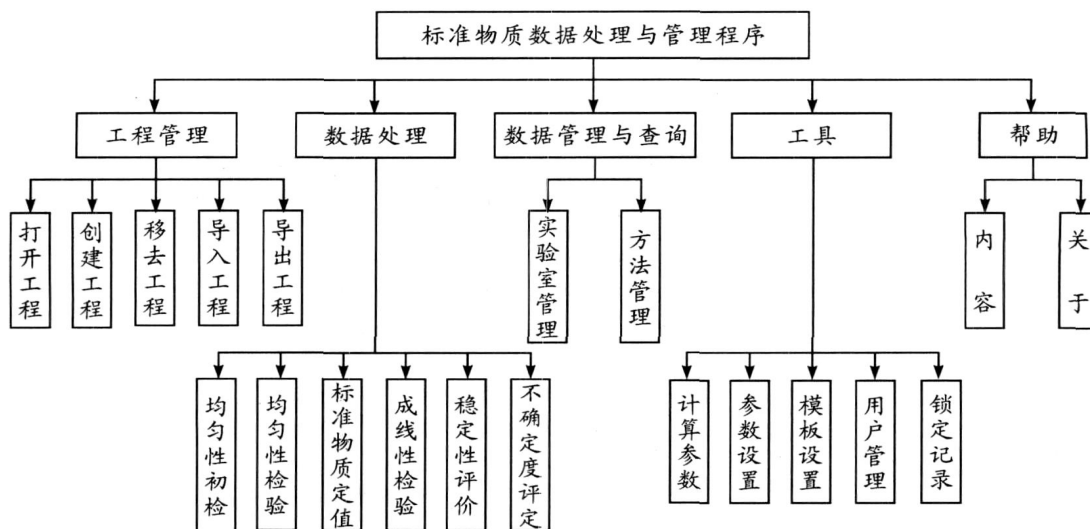


图1 程序框图

2 各模块功能简介

本程序主要模块包括“工程管理”、“数据处理”、“工具”等三个模块。

2.1 工程管理模块

将标准物质制备整个过程需要的数据处理作为一个工程来管理有利于数据管理。一方面标准物质从均匀性初检到标准物质的定值、稳定性考核需要较长的时间,引入工程概念有利于跟踪整个制备过程,保证数据的完整性;另一方面,可以同时多套标准物质的制备进行数据处理,不会产生相互干扰。

创建工程完成标准物质制备工程的创建,创建完成后可以通过打开工程完成数据处理工作,导入和导出工程完成工程数据的导入或导出,有利于数据的交换。

2.2 数据处理模块

数据处理模块是主要的模块,主要功能有均匀性初检、均匀性检验、标准物质的定值、成线性检验、稳定性评价和不确定度评定等。每个子模块下的操作界面基本一致,具有文件、计算或编辑、计算参数和窗体四个操作菜单。

2.2.1 文件菜单

文件菜单具有打开记录、新建记录、保存记录、预览记录、导入记录和导出结果等功能。所有记录格式都按预先定义的记录模板创建或打开,打开记录时按工程或单个标准物质打开,显示数据时按单个标准物质或元素分页显示,显示形式与 Excel 表格形式一致。数据输入完毕或计算完成后可以随时保存记录,如操作者退出程序时忘记保存,程序会提示是否保存结果。

预览记录功能将所有显示的记录用 Excel 表格显示,操作者可以对记录进行排版、打印。

导入记录可以将预先定义的记录模板形式的原始记录导入,作为本程序的原始记录。这样考虑有利于减少数据录入过程中的错误,减轻操作者的工作量,特别适用于数据采集点与数据处理不在一起的问题。

导出结果可以将处理完成的结果按 Excel 格式导出,方便进一步处理。

2.2.2 计算或编辑菜单

计算或编辑功能主要完成数据的处理。均匀性检验可选用极差法、方差分析法和平均值的一致性检验方法。在标准物质定值时,正态性检验采用的方法有偏态峰态检验法、夏皮罗-威尔克法和达戈斯提诺法;可疑值检验方法有狄克逊准则和格拉布斯准则;等精度检验的方法采用科克伦准则。稳定性评价采用的方法是平均值的一致性检验方法。选用的数据统计方法符合文献^[8-10]的要求。

成线性检验采用最小二乘法进行检验,可以同时进行一次、二次、三次方程进行拟合,并分别进行了相关性检验和 F 检验,对拟合的曲线进行判断。

测量不确定度的评定严格按 JJF 1059—1999 规定执行,最终可以给出符合 JJF 1059—1999 的测量不确定度值。测量不确定度分量的来源^[4]考虑了不均匀性引入的不确定度分量、不同实验室(方法)定值引入的不确定度分析分量、测量影响因素引入的不确定度分量和样品不稳定引入的不确定度分量等四个方面的来源。由于测量影响因素引入的不确定度分量与参加定值的实验室和采用的方法有关,需要单独评价后输入计算表中,其它分量都可以通过定值前所做的均匀性检验和稳定性结果进行自动评定。参加定值的实验室若是经过检测实验室认可的实验室、采用的方法是国家方法,那么测量影响因素引入的不确定度分量可以忽略不计,因此测量不确定度的评定基本可以实现自动计算。

2.2.3 计算参数和窗体菜单

计算参数主要功能是选取检验、评价的方法。窗体菜单主要功能是快速选择原始记录、计算表。

2.3 工具模块

工具模块含有计算参数、参数设置、模板设置、用户管理和锁定记录等五个子模块。计算参数分别对均匀性检验、标准物质定值、线性检验和稳定性考核设置统计分析方法。参数设置分别针对均匀性检验、标准物质定值、线性

检验和稳定性考核选取不同的统计分析法组合. 用户管理用于修改用户密码、增加用户以及设置用户级别. 锁定记录是锁定已完成的数据处理的工程,经锁定的记录不能再修改.

模板设置功能主要完成均匀性检验、标准物质定值、线性检验和稳定性考核等封面、原始记录格式和计算表格的设计. 采用经过设计的模板,可以完成数据处理的自动化. 同时可以根据标准物质制备的需要和单位的特点个性化地设计模板,使数据处理的格式更加规范,减少后续处理工作量.

3 应用实例

编制的程序在某标准物质制备过程进行了实际运行和手工验算,经实际应用效果明显,大大提高了数据处理速度,减少了操作人员的工作量,输出的数据格式规范,后续工作较少. 图2列出了某光谱标准物质均匀性检验计算表的计算界面,图3列出某光谱标准物质测量不确定度分析汇总表.

某光谱标准物质 测量不确定度分析汇总表								
样品编号	项目	Al	Zn	Mn	Si	Cu	Ni	Fe
RM1	标准值	8.93	0.93	0.39	0.354	0.0072	0.026	0.0020
	扩展不确定度	0.07	0.02	0.02	0.009	0.0007	0.002	0.0003
	实验组数	8	8	8	8	8	8	8
	有效自由度	14	12	17	16	11	16	11
	置信概率	0.95	0.95	0.95	0.95	0.95	0.95	0.95
样品编号	项目	Zn	Ce	Cu	Ni	Fe		
RM10	标准值	2.80	3.12	0.070	0.014	0.0022		
	扩展不确定度	0.04	0.05	0.004	0.002	0.0004		
	实验组数	8	8	8	8	8		
	有效自由度	11	12	12	19	12		
	置信概率	0.95	0.95	0.95	0.95	0.95		
样品编号	项目	Al	Zn	Mn	Si	Cu	Ni	Fe
RM2	标准值	7.50	1.73	0.62	0.027	0.276	0.018	0.0021
	扩展不确定度	0.06	0.05	0.02	0.003	0.008	0.002	0.0005
	实验组数	8	8	8	8	8	8	8
	有效自由度	12	14	16	12	19	16	16
	置信概率	0.95	0.95	0.95	0.95	0.95	0.95	0.95

图2 某光谱标准物质均匀性检验计算表

某光谱标准物质均匀性检验计算表							
元素	Zn						备注
样品编号	1	2	3	平均值(x)	标准偏差(s)		
RM10-B-39	2.807	2.769	2.754	2.777	0.027		
RM10-B-42	2.813	2.818	2.788	2.806	0.016		
RM10-B-26	2.744	2.833	2.778	2.785	0.045		
RM10-B-35	2.787	2.804	2.747	2.779	0.029		
RM10-B-67	2.836	2.755	2.778	2.790	0.042		
RM10-B-10	2.837	2.820	2.805	2.821	0.016		
RM10-B-18	2.780	2.829	2.756	2.788	0.037		
RM10-B-31	2.833	2.826	2.800	2.826	0.027		
RM10-B-5	2.748	2.800	2.829	2.792	0.041		
RM10-B-77	2.802	2.851	2.848	2.834	0.027		
RM10-B-53	2.800	2.848	2.811	2.820	0.025		
RM10-B-82	2.785	2.788	2.789	2.787	0.002		
RM10-B-65	2.794	2.839	2.796	2.810	0.025		
RM10-B-48	2.793	2.776	2.772	2.780	0.011		
RM10-B-29	2.760	2.814	2.821	2.798	0.033		
RM10-B-14	2.828	2.751	2.786	2.788	0.039		
n	3	总平均值x	STD	RSD (%)		检验结论	
16	3	2.7989	0.0305	1.09		合格	
差来源	差方和(Q)	自由度(v)	方差(S)	统计量(F)	F(0.05, 15, 32)		
组间(A)	1.482E-02	15	9.877E-04	1.097	1.99		
组内(e)	2.882E-02	32	9.006E-04				
说明:							
计算人:						计算时间:	

图3 某光谱标准物质测量不确定度分析汇总表

(下转第26页)

$$z_3 = \begin{vmatrix} \frac{2-b}{h} & K_v & 0 \\ \frac{1}{2h} & 1 & 0 \\ 0 & \frac{2-b}{h} & K_v \end{vmatrix} > 0 \text{ 且 } z_2 = \begin{vmatrix} \frac{2-b}{h} & K_v \\ \frac{1}{2h} & 1 \end{vmatrix} > 0$$

即 $K_v < 2 \frac{h}{h}$

对一般的液压伺服系统,为了保证可靠地工作,至少需要有 45° 的相位裕量和 6 dB 的幅值裕量.由图 3 可以查出相位裕量 $\gamma = 82^\circ$,幅值裕量 $K_g = 7 \text{ dB}$,满足条件.

2.3 系统的瞬态响应

系统的快速响应能力通常是以它的闭环带宽来表征的.由系统闭环传递函数所对应的闭环频率特性,从零频到系统的截止频率 ω_b 称为系统的闭环带宽. ω_b 近似等于开环的穿越频率 ω_c .由图 3 可以查出穿越频率 $\omega_c = 140 \text{ rad/s}$,所以系统的闭环带宽为 $0 < \omega_b < 140$.在 Matlab 软件的 Simulink 工具包里建立液压伺服系统的模型^[5-6],可以得到系统对 0.1 m 阶跃信号作用的瞬态响应曲线如图 4 所示.

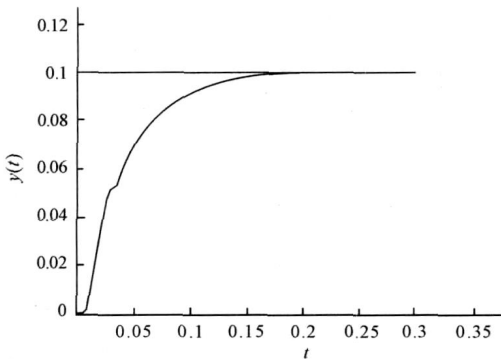


图 4 阶跃信号作用下的瞬态响应曲线

由图 4 可以看出系统的开环增益和阻尼比都比较低.因为提高阻尼比可以改善系统的瞬态响应,所以可以考虑增大负载的粘性阻尼,并联一个阻尼器.同时,在不影响系统稳定性的情况下可以适当提高系统的开环增益.

3 结论

通过建立某主动悬挂液压伺服系统的组成和方块图,对它的开环频率响应、稳定性和瞬态响应等性能进行分析,可以看出该液压伺服系统的稳定性满足要求,而瞬态响应较差,因此需要增大负载的粘性阻尼.采用该分析方法可以为执行机构的工程设计提供理论基础,确保设计的液压伺服系统性能满足要求.

参考文献:

- [1] 李洪人. 液压控制系统[M]. 北京:国防工业出版社, 1981.
- [2] 雷天觉. 新编液压工程手册[M]. 北京:机械工业出版社, 2000.
- [3] 李连升,刘绍球. 液压伺服理论与实践[M]. 北京:国防工业出版社, 1990.
- [4] 蔡廷文. 液压系统现代建模方法[M]. 北京:中国标准出版社, 2002.
- [5] 陈杰. MATLAB 宝典[M]. 北京:电子工业出版社, 2007.
- [6] 陈桂明,张明照. 应用 MATLAB 建模与仿真[M]. 北京:科学出版社, 2000.

(上接第 13 页)

4 结论

本文介绍的基于工程和模板的概念编制标准物质数据处理程序能够有效地解决标准物质制备过程中的数据处理难题,在实际工作中得到很好的应用.程序内含的数理统计方法符合文献^[9-11]的要求,基本能满足标准物质制备的需求.

参考文献:

- [1] 全浩,韩永志. 标准物质及其应用技术[M]. 北京:中国标准出版社, 2003.
- [2] 李海军,陈超选,赵教育. 光谱分析标准物质均匀性检验数据的 EXCEL 统计处理[J]. 冶金分析, 2006, 26(5): 94 - 96.
- [3] 罗代洪. 多功能标准物质数据处理系统[J]. 岩矿测

试, 1995, 14(3): 214 - 219.

- [4] 凌进中. 标准值的不确定度及其表达[J]. 岩矿测试, 1997, 16(2): 141 - 144.
- [5] 王咏,张平,曹宏燕. 标准物质数据统计的数据库管理系统[J]. 冶金分析, 1998, 18(1): 41 - 45.
- [6] 许佩珍,王裕昌. 标准物质均匀性检验和定值计算的统计程序[J]. 分析实验室, 1992, 11(2): 64 - 68.
- [7] 谭林青,李清霞,周勇. 标准物质均匀性统计检验的 BASIC 语言程序设计[J]. 山东冶金, 1991, (4): 54 - 60.
- [8] 罗代洪. 标准物质数据处理及定值的 MPDPS 软件[J]. 岩矿测试, 1991, 10(3): 226 - 229.
- [9] GB/T 1500.3, 标准样品定值的一般原则和统计方法[S].
- [10] JJF 1006—1994, 一级标准物质[S].
- [11] JJF 1059—1999, 测量不确定度评定与表示[S].