

Министерство образования и науки Российской Федерации

Федеральное государственное бюджетное образовательное  
учреждение высшего образования  
«Оренбургский государственный университет»

П.В. Медведев,  
В.А. Федотов,  
Г.А. Сидоренко

## **НАУЧНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ**

Рекомендовано ученым советом федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Оренбургский государственный университет» для обучающихся по образовательным программам высшего образования – программам подготовки научно-педагогических кадров в аспирантуре 19.06.01 Промышленная экология и биотехнология.

Оренбург  
2017

УДК 664.65.05 (075.8)  
ББК 36.83-5я73  
М 42

Рецензент – доктор технических наук, профессор В. Ю. Полищук

**Медведев, П.В.**

М42 Научные исследования: учебное пособие/ П.В. Медведев, В.А. Федотов, Г.А. Сидоренко; Оренбургский гос. ун-т. – Оренбург: ООО ИПК «Университет», 2017. – 99 с.  
**ISBN 978-5-7410-1795-1**

В учебном пособии рассмотрены методы оценки свойств сырья и продуктов питания и методы обработки результатов экспериментальных исследований.

Учебное пособие предназначены для выполнения исследований и расчетов по научно-исследовательской практике для аспирантов, обучающихся по направлению подготовки 19.06.01 Промышленная экология и биотехнология.

УДК 664.65.05 (075.8)  
ББК 36.82-5я73

ISBN 978-5-7410-1795-1

© Медведев П.В.,  
Федотов В.А.,  
Сидоренко Г.А., 2017  
© ОГУ, 2017

## Содержание

Введение.....	5
1 Планирование эксперимента.....	6
1.1 Общие сведения о планировании эксперимента.....	6
1.2 Краткая характеристика методики составления планов эксперимента для моделей первого и второго порядков.....	12
1.3 Критерии плана эксперимента.....	27
1.4 Новые методы оценки технологических качеств зерна пшеницы с использованием информационных технологий.....	41
2 Методы обработки результатов экспериментальных исследований.....	58
2.1 Определение доверительного интервала оценки среднеквадратичного отклонения.....	58
2.2 Определение грубых ошибок («промахов»).....	60
2.3 Определение доверительного интервала оценки измеряемой величины.....	61
2.4 Анализ однородности средних.....	62
2.5 Определение необходимого числа повторностей опыта.....	65
2.6 Ранжирование факторов по степени их влияния на исследуемый процесс.....	69
3 Методы исследования свойств сырья и продуктов питания.....	72
3.1 Органолептическая оценка продуктов питания.....	72
3.2 Определение плотности жидких материалов.....	77
3.3 Определение массовой доли минеральных веществ.....	80
Список использованных источников.....	84
Приложение А Значения коэффициентов $Z_1^2$ и $Z_2^2$ .....	86
Приложение Б Значения критерия $\alpha_t$ для определения грубых ошибок.....	87
Приложение В Значения критерия Стьюдента $t(P;f)$ при разных уровнях значимости.....	88

Приложение Г Значения критерия Фишера $F_T$ для уровня значимости $\alpha=0,05$ .....	89
Приложение Д Значения параметра $t(P)$ при разных значения функции ошибок $\Phi(t)$ .....	90
Приложение Е Таблицы критических значений коэффициента корреляции .....	91

## Введение

При выполнении научно-исследовательской работы возникает необходимость использования методов анализа органолептических и физико-химических показателей сырья, полуфабрикатов и готовых продуктов питания. В данном учебном пособии приведены различные методики экспертной оценки органолептических показателей пищевых продуктов. Рассмотрены методы определения физико-химических показателей качества сырья и продуктов. В работе представлены новые методы оценки технологических качеств зерна пшеницы с использованием информационных технологий.

При проведении научно-исследовательской работы накапливается большое количество экспериментальных данных, которые необходимо обрабатывать с целью определения однородности, их достоверности и точности с позиций принятого уровня значимости, его достаточности для принятия того или иного решения.

Методами статистической обработки результатов эксперимента называются математические приемы, формулы, способы количественных расчетов, с помощью которых показатели, получаемые в ходе эксперимента, можно обобщать, приводить в систему, выявляя скрытые в них закономерности. Речь идет о таких закономерностях статистического характера, которые существуют между изучаемыми в эксперименте переменными величинами.

Учебное пособие предназначено для выполнения исследований и расчетов по научно-исследовательской практике для аспирантов, обучающихся по направлению подготовки 19.06.01 Промышленная экология и биотехнология.

# 1 Планирование эксперимента

## 1.1 Общие сведения о планировании эксперимента

Одним из требований ускорения научно-технического прогресса является использование передовых технологий и методик исследования. Роль научных исследований возрастает и в связи с переходом высшей школы нашей страны на двухуровневую систему подготовки специалистов, когда окончание магистратуры завершается защитой диссертации - выпускной квалификационной работы научно-исследовательского характера. При этом на выбор темы исследования, анализ современного состояния исследуемого явления, постановку задачи и ее решение, написание статей, оформление и защиту диссертации отводится сравнительно мало времени. Получению наилучших решений за сравнительно короткое время поможет владение методами математического планирования эксперимента.

В вопросе повышения эффективности научных исследований и сокращения сроков разработки новых технологий необходимо решать задачи поиска моделей исследуемых процессов и оптимизация исследований на всех стадиях разработки, исследования и эксплуатации изучаемых процессов.

На практике встречаются случаи, когда теоретическое решение задачи отсутствует, особенно это относится к сложным многофакторным процессам. И тогда единственным инструментом остается проведение эксперимента и грамотная обработка результатов опытов. В настоящее время методологической основой экспериментальных исследований является математическая теория планирования эксперимента, которая базируется на приложениях теории вероятности и математической статистики. Соответствующую дисциплину изучают во многих ведущих вузах страны или же это является составной частью других дисциплин, например, основ научных исследований.

Планирование эксперимента представляет собой процедуру выбора числа и условий проведения опытов, необходимых и достаточных для решения

поставленной задачи с требуемой точностью. При этом существенными являются вопросы минимизации общего числа опытов, что определяет время получения конечного решения и стоимость достижения цели. Для этого в каждом опыте одновременно варьируют частью или всеми переменными, определяющими исследуемое явление, используют математический аппарат, формализующий действия экспериментатора при проведении и обработке результатов опытов и т.д. Не менее важным представляется выбор стратегии дальнейших действий после проведения и обработки результатов одной или нескольких серий экспериментов.

Основные работы по теории планирования эксперимента в нашей стране и за рубежом появились во второй половине XX века. Уникальной следует считать каталог планов [1], где приведено свыше 10 тыс. планов эксперимента. Можно отметить и другие работы последних лет издания по подготовке к проведению экспериментов, реализации и обработке результатов опытов [2, 3, 4].

Развитие методов планирования эксперимента в нашей стране связано с именем В. В. Налимова [5, 6, 7, 8], который дал следующее определение. «Планирование эксперимента – это оптимальное управление экспериментом при неполном знании механизма явлений. Эксперименты обычно ставятся небольшими сериями по заранее составленному алгоритму, оптимальному в некотором строго сформулированном смысле. После каждой небольшой серии опытов производится обработка результатов наблюдений и принимается строго обоснованное решение о том, что делать дальше».

Целью настоящей работы является дальнейшая пропаганда идей математического планирования эксперимента и анализ некоторых актуальных положений, способствующих улучшению качества постановки экспериментальных исследований, правильной обработке и интерпретации результатов опытов. В работе сделана попытка «прокладки мостика» между теоретическими разработками и практическим приложением теории планирования эксперимента, для чего рассмотрены практические примеры из различных отраслей техники. Последнее означает, что книга будет полезна для широкого круга пользователей.

Необходимость в таком анализе продиктована сложившимися тенденциями в этой области. Кроме того, в литературе изложение части существенных вопросов является или не совсем компактным, последовательным, полным в одном источнике, или сложное математическое изложение, не подкрепленное примерами, в большинстве случаев отпугивает экспериментатора.

В силу определенных причин данная работа не претендует на всю полноту изложения по всем вопросам теории математического планирования эксперимента. На основе многолетнего практического опыта работы в этой области в ней сделана попытка оказания помощи не только начинающему исследователю при экспериментальном изучении различных явлений. Особенно это относится к многофакторным задачам, когда использование аппарата теории математического планирования эксперимента становится обязательным. При изложении материала почти сохранена сложившаяся последовательность в работах большинства авторов. Отличительной особенностью настоящей работы следует считать рекомендации:

- однозначного выбора плана эксперимента при исследовании конкретного явления,
- поиска научной новизны при решении новых или решенных задач,
- проведения опытов в случае невозможности соблюдения требований активного эксперимента,
- охвата области определения многомерной функции,
- учета в моделях доверительных интервалов и при необходимости качественных и статистически незначимых факторов.

При знакомстве с данной работой первые два раздела в первом чтении могут быть опущены. Будем благодарны за замечания и пожелания по работе, новые практические примеры из различных областей человеческой деятельности и «нестандартное» видение отдельных вопросов.

Развитие современной науки и техники связано с созданием новых и постоянным совершенствованием существующих научных и технологических процессов. Основой их разработки и оптимизации является эксперимент. Заметное повышение эффективности экспериментальных исследований и инженерных



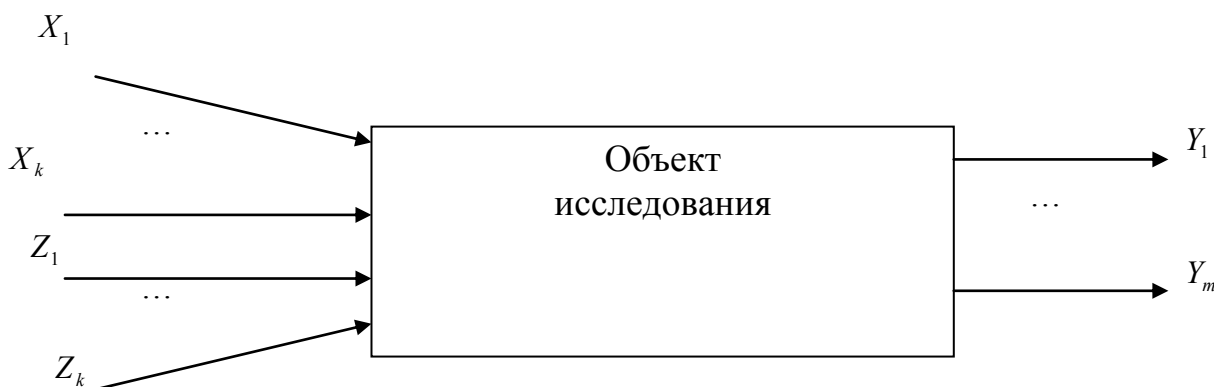
разработок достигается использованием математических методов планирования экспериментов. В процессе экспериментирования и при обработке полученных данных существенно сокращает сроки решения, снижает затраты на исследования и повышает качество полученных результатов.

Цель планирования эксперимента – нахождение таких условий и правил проведения опытов при которых удастся получить надежную и достоверную информацию об объекте с наименьшей затратой труда, а также представить эту информацию в компактной и удобной форме с количественной оценкой точности.

Инициатором применения планирования эксперимента является Рональд А. Фишер, другой автор известных первых работ – Френк Йетс. Далее идеи планирования эксперимента формировались в трудах Дж. Бокса, Дж. Кифера. В нашей стране - в трудах Г.К. Круга, Е.В. Маркова и др.

Часто, приступая к изучению какого-либо процесса экспериментатор не имеет исчерпывающих сведений о механизме процесса. Можно только указать параметры определяющие условия протекания процесса, и, возможно требования к его результатам. Поставленная проблема является задачей кибернетики. Действительно, если считать кибернетику «наукой, изучающей системы любой природы, способные воспринимать, хранить и перерабатывать информацию для целей оптимального управления» [3], то такую систему можно представить в виде черного ящика.

Черный ящик (рисунок 1.1) – объект исследования, имеющий  $(k + p)$  входов и  $m$  выходов.



X – управляемые, Z – неуправляемые параметры.

Рисунок 1.1 – Система «Черный ящик»

Зависимость между выходными параметрами (откликом) и входными параметрами (факторами) называется функцией отклика. Математическая запись функции отклика представлена в виде формулы

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_k). \quad (1.1)$$

Этому уравнению в многомерном пространстве соответствует гиперповерхность, которая называется поверхностью отклика, а само пространство – факторным пространством (рисунок 1.2).

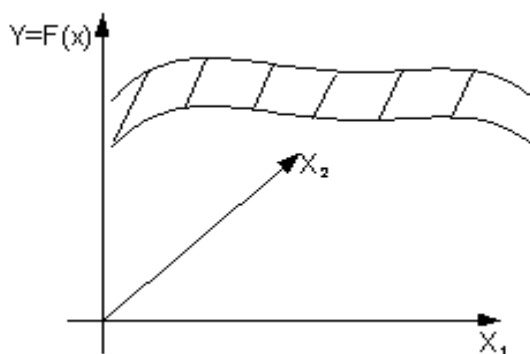


Рисунок 1.2 – Поверхность отклика

Для математического описания поверхности отклика используют уравнение

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i,u=1}^k \beta_{iu} x_i x_u + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \dots, \quad (1.2)$$

где  $x_i x_u$  - переменные факторы при  $i=1, \dots, k; u=1, \dots, k; i \neq u$ ;

$$\beta_i = \left( \frac{\partial f}{\partial x_i} \right)_0;$$

$$\beta_{iu} = \left( \frac{\partial^2 f}{\partial x_i \partial x_u} \right)_0;$$

$$\beta_{ii} = \left( \frac{\partial^2 f}{2\partial x_i^2} \right)_0.$$

Это уравнение является разложением в ряд Тейлора неизвестной функции отклика в окрестности точки с  $x_i = x_{i0}$ .

На практике по результатам эксперимента производится обработка данных по методу наименьших квадратов. Этот метод позволяет найти оценку  $b$  коэффициентов  $\beta$ , и данный полином заменяется уравнением вида

$$\bar{y} = b_0 + \sum_{i=1}^k b_i x_i + \sum_{i,u=1}^k b_{iu} x_i x_u + \sum_{i=1}^k b_{ii} x_i^2 + \dots, \quad (1.3)$$

которое является регрессионной моделью (моделью регрессионного анализа). В этом выражении  $\bar{y}$  означает модельное, т.е. рассчитываемое по уравнению модели, значение выхода. Коэффициенты регрессии определяются экспериментально и служат для статистической оценки теоретических коэффициентов, т.е.

$$b_0 \rightarrow \beta_0, b_i \rightarrow \beta_i, b_{iu} \rightarrow \beta_{iu}, b_{ii} \rightarrow \beta_{ii}. \quad (1.4)$$

В регрессионной модели члены второй степени  $x_i x_u$ ,  $x_i^2$  характеризуют кривизну поверхности отклика. Чем больше кривизна этой поверхности, тем больше в модели регрессии членов высшей степени. На практике чаще всего стремятся ограничиться линейной моделью [10].

Эксперимент можно проводить по-разному. В случае, когда исследователь наблюдает за каким-то неуправляемым процессом, не вмешиваясь в него, или выбирает экспериментальные точки интуитивно, на основании каких-то привходящих обстоятельств, эксперимент считают пассивным. В настоящее время пассивный эксперимент считается неэффективным.

Гораздо более продуктивно проводится эксперимент, когда исследователь применяет статистические методы на всех этапах исследования, и, прежде всего, перед постановкой опытов, разрабатывая схему эксперимента, а также в процессе экспериментирования, при обработке результатов и после эксперимента, принимая решение о дальнейших действиях. Такой эксперимент считают активным, и он предполагает планирование эксперимента.

Под планированием эксперимента понимают процедуру выбора числа и условий проведения опытов, необходимых и достаточных для решения поставленной задачи с требуемой точностью.

Под математической моделью планирования понимается наука о способах составления экономических экспериментальных данных планов, которые позволяют извлекать наибольшее количество информации об объекте исследования, о способах проведения эксперимента, о способах обработки данных и их использование для оптимизации производственных процессов, а также инженерных расчетов [11].

## **1.2 Краткая характеристика методики составления планов эксперимента для моделей первого и второго порядка**

Использование теории планирования эксперимента является одним из путей существенного повышения эффективности многофакторных экспериментальных исследований. В планировании экспериментов применяются в основном планы первого и второго порядков. Планы более высоких порядков используются в инженерной практике редко. В связи с этим далее приводится краткое изложение

методики составления планов эксперимента для моделей первого и второго порядков. Под планом первого порядка понимают такие планы, которые позволяют провести эксперимент для отыскания уравнения регрессии, содержащего только первые степени факторов и их произведения

$$\bar{y} = b_0 + \sum_{i=1}^k b_i x_i + \sum_{\substack{i,u=1 \\ i \neq u}}^k b_{iu} x_i x_u + \sum_{\substack{i,j,u=1 \\ i \neq 1, j \neq 1}}^k b_{iju} x_i x_j x_u + \dots \quad (1.5)$$

Планы второго порядка позволяют провести эксперимент для отыскания уравнения регрессии, содержащего и вторые степени факторов

$$\bar{y} = b_0 + \sum_{i=1}^k b_i x_i + \sum_{i=1}^k b_{ii} x_i^2 + \sum_{\substack{i,u=1 \\ i \neq u}}^k b_{iu} x_i x_u + \dots \quad (1.6)$$

Нахождение уравнения регрессии методом планирования экспериментов состоит из следующих этапов:

- выбор основных факторов и их уравнений;
- планирование и проведение собственного эксперимента;
- определение коэффициентов уравнения регрессии;
- статистический анализ результатов эксперимента [12].

### 1.2.1 Общие положения о планировании второго порядка

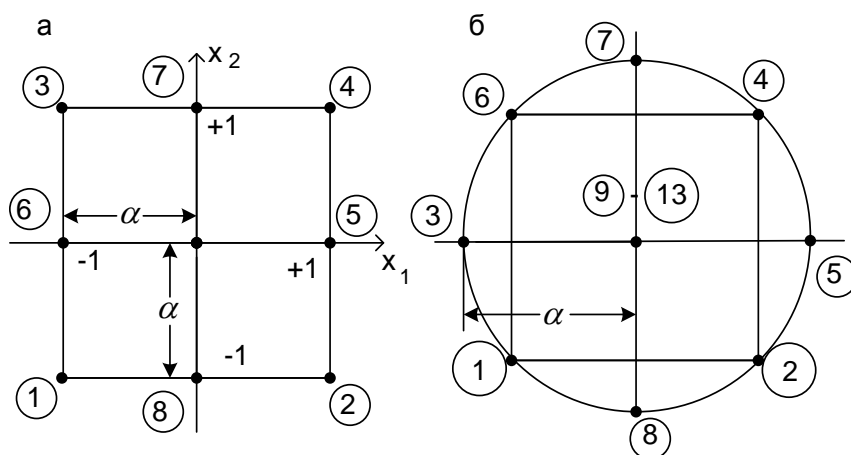
Описание поверхности отклика полиномами первого порядка часто оказывается недостаточным. Во многих случаях удовлетворительная аппроксимация может быть достигнута, если воспользоваться полиномом второго порядка.

В этом случае требуется, чтобы каждый фактор варьировался не менее чем на трех уровнях. В этом случае полный факторный эксперимент содержит слишком большое количество опытов, равное  $3^k$ . Так, при  $k=3$  их 27, а число коэффициентов  $b-10$ , при  $k=5$  число опытов 243, а коэффициентов 21. В связи с этим осуществление полного факторного эксперимента (ПФЭ) для планов второго порядка не только сложно, но и нецелесообразно.

Сократить число опытов можно, воспользовавшись так называемым композиционным или последовательным планом, разработанным Боксом и Уилсоном. Так, при двух факторах модель функции отклика  $y = f(x_1, x_2)$  второго порядка представляет собой поверхность в виде цилиндра, конуса, эллипса и т.д., описываемую в общем виде уравнением

$$y = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_{11}x_1^2 + b_{22}x_2^2 + b_{12}x_1x_2. \quad (1.7)$$

Для определений такой поверхности необходимо располагать координатами не менее трех ее точек, т.е. факторы  $x_1$  и  $x_2$  должны варьироваться не менее чем на трех уровнях. Поэтому план эксперимента в плоскости факторов  $x_1$  и  $x_2$  на рисунке 3, а не может состоять лишь из опытов 1, 2, 3, 4, располагающихся в вершинах квадрата, как это делается для модели первого порядка. К ним должны быть добавлены опыты (звездные точки) 5, 6, 7, 8, расположенные на осях  $x_1$  и  $x_2$  с координатами  $(\pm\alpha; 0)$ ,  $(0; \pm\alpha)$  и обязательно опыт 9 в центре квадрата, чтобы по любому направлению (5-9-6), (1-9-4) и т.д. располагалось три точки, определяющие кривизну поверхности в этом направлении [13].



а – ортогональный; б – рототабельный.

Рисунок 1.3 – Планы второго порядка при  $k = 2$

Таким образом, в общем случае ядро композиционного плана составляет при  $k < 5$  ПФЭ  $2^k$ , а при  $k > 5$  - дробную реплику от него. Если линейное уравнение регрессии оказалось неадекватным, необходимо:

1) добавить  $(2 - k)$  звездных точек, расположенных на координатных осях факторного пространства  $(\pm\alpha, 0, 0, \dots, 0)$ ,  $(0, \pm\alpha, 0, \dots, 0), \dots, (0, 0, \dots, \pm\alpha)$ , где  $\alpha$  - звездное плечо, или расстояние до звездной точки;

2) провести  $n_0$  опытов при значениях факторов в центре плана.

При  $k$  факторах общее число опытов в матрице композиционного плана составит

$$\begin{aligned}
 n &= 2^k + 2 \cdot k + n_0, \text{ при } k < 5, \\
 n &= 2^k + 2 \cdot k + n_0, \text{ при } k \geq 5.
 \end{aligned}
 \tag{1.8}$$

При этом величина звездного плеча  $\alpha$  и число опытов в центре плана  $n_0$  зависит от выбранного вида композиционного плана.

Композиционный план для  $k = 2$  и  $n_0 = 1$  представлен в таблице 1.1.

Таблица 1.1 – Композиционный план второго порядка

Номер опыта		Факторы						Результат
		$x_0$	$x_1$	$x_2$	$x_1x_2$	$x_1^2$	$x_2^2$	$y_i$
Ядро плана	1	+1	- 1	- 1	+1	+1	+1	$y_1$
	2	+1	+1	- 1	- 1	+1	+1	$y_2$
	3	+1	- 1	+1	- 1	+1	+1	$y_3$
	4	+1	+1	+1	+1	+1	+1	$y_4$
	5	+1	$+\alpha$	0	0	$\alpha^2$	0	$y_5$
Звездные точки	6	+1	$-\alpha$	0	0	$\alpha^2$	0	$y_6$
	7	+1	0	$+\alpha$	0	0	$\alpha^2$	$y_7$
	8	+1	0	$-\alpha$	0	0	$\alpha^2$	$y_8$
Центр плана	9	+1	0	0	0	0	0	$y_9$

Аналогичным образом строятся планы и для большего числа факторов [14].

### 1.2.2 Ортогональные центральные композиционные планы второго порядка

В общем виде план, представленный в таблице 1, неортогонален так как

$$\sum_{j=1}^n x_{0j}x_{ij} \neq 0; \sum_{j=1}^n x_{ij}^2 - \bar{x}_i^2. \quad (1.9)$$

Приведем его к ортогональному виду, для чего введем новые переменные (преобразования для квадратичных эффектов)



$$x'_{ij} = x_{ij}^2 - \frac{\sum_{j=1}^n x_{ij}^2}{n} = x_{ij}^2 - \bar{x}_i^2. \quad (1.10)$$

при этом

$$\sum_{j=1}^n x_{0j} x_{ij} = \sum_{j=1}^n (x_{ij}^2 - \bar{x}_i^2) = \sum_{j=1}^n x_{ij}^2 - n\bar{x}_i^2. \quad (1.11)$$

Тогда уравнение регрессии будет записано как

$$\hat{y} = x'_0 + \sum_{i=1}^k b_i x_i + \sum_{i,u=1}^k b_{iu} x_i x_u + \sum_{i=1}^k b'_{ii} x'_i. \quad (1.12)$$

Композиционные планы легко привести к ортогональным, выбирая звездное плечо  $\alpha$ . В таблице 1.2 приведено значение  $\alpha$  для различного числа факторов  $k$  и числа опытов в центре плана  $n_0$ .

Таблица 1.2 – Значения звездных плеч в ортогональных планах второго порядка

Число опытов в центре плана $n_0$	Звездное плечо $\alpha$ при различном числе факторов $k$			
	$k = 2$	$k = 3$	$k = 4$	$k = 5$ (в ядре полуреплики)
1	1,000	1,215	1,414	1,546
2	1,077	1,285	1,471	1,606
3	1,148	1,353	1,546	1,664
4	1,214	1,414	1,606	1,718
5	1,267	1,471	1,664	1,772
6	1,320	1,525	1,718	1,819
7	1,369	1,575	1,772	1,868
8	1,414	1,623	1,819	1,913
9	1,454	1,668	1,868	1,957
10	1,498	1,711	1,913	2,000

В частности, ортогональный план второго порядка для  $k=2$  и  $n_0=1$  представлен в таблице 3, а его геометрическая интерпретация - на рисунке 3, а. Представленный на рисунке 3, а и в таблице 1.3 прямоугольный (квадратный) план эксперимента для модели второго порядка работоспособен, хотя и несколько избыточен (9 опытов для определения 6 коэффициентов). Благодаря трем избыточным опытам, он позволяет усреднить случайные погрешности и оценить их характер.

Таблица 1.3 – Ортогональный центральный композиционный план второго порядка

Номер опыта		Факторы						Результат
		$x_0$	$x_1$	$x_2$	$x_1x_2$	$x_1'$	$x_2'$	$y_i$
Ядро плана	1	+1	-1	-1	+1	+1/3	+1/3	$y_1$
	2	+1	+1	-1	-1	+1/3	+1/3	$y_2$
	3	+1	-1	+1	-1	+1/3	+1/3	$y_3$
	4	+1	+1	+1	+1	+1/3	+1/3	$y_4$
Звездные точки	5	+1	$\alpha = +1$	0	0	+1/3	-2/3	$y_5$
	6	+1	$\alpha = -1$	0	0	+1/3	-2/3	$y_6$
	7	+1	0	$\alpha = +1$	0	-2/3	+1/3	$y_7$
	8	+1	0	$\alpha = -1$	0	-2/3	+1/3	$y_8$
Центр плана	9	+1	0	0	0	-2/3	-2/3	$y_9$

В этой таблице

$$x'_{ij} = x_{ij}^2 - \frac{\sum_{j=1}^9 x_{ij}^2}{9} = x_{ij}^2 - \frac{2}{3}. \quad (1.13)$$

В силу ортогональности матрицы планирования ее коэффициенты равны

$$b_i = \frac{\sum_{j=1}^n x_{ij} y_i}{\sum_{j=1}^n x_{ij}^2}; \quad b'_{ii} = \frac{\sum_{j=1}^n x'_{ij} y_i}{\sum_{j=1}^n x'_{ij}{}^2}; \quad b_{ij} = \frac{\sum_{j=1}^n (x_{ij} x_{iu}) y_j}{\sum_{j=1}^n (x_{ij} x_{iu})^2}. \quad (1.14)$$

Уравнения регрессии  $b$  определяются независимо один от другого по формулам.

Здесь  $i$  - номер столбца в матрице планирования;  $j$  - номер строки; суммы в знаменателях различны для линейных, квадратичных эффектов и взаимодействий.

Дисперсии коэффициентов уравнения регрессии следующие

$$S_{b_i}^2 = \frac{S^2_{\text{вост}}}{\sum_{j=1}^n x_{ij}^2}; \quad S'_{b_{ii}}{}^2 = \frac{S^2_{\text{вост}}}{\sum_{j=1}^n x'_{ij}{}^2}; \quad S'_{b_{ij}}{}^2 = \frac{S^2_{\text{вост}}}{\sum_{j=1}^n (x_{ij} x_{uj})^2}. \quad (1.15)$$

Следует особо отметить, что коэффициенты уравнения регрессии, получаемые с помощью ортогональных планов второго порядка, определяются с разной точностью (см. уравнение (1.14)), в то время как ортогональные планы первого порядка обеспечивают одинаковую точность коэффициентов, т.е. план, представленный в таблице 1.3, являющийся ортогональным и обеспечивающий независимость определения коэффициентов  $b$ , не является рототабельным.

В результате расчетов по матрице с преобразованными столбцами для квадратичных эффектов получаем уравнение регрессии в виде

$$\hat{y} = b'_0 + \sum_{i=1}^k b_i x_i + \sum_{i,u=1}^k b_{iu} x_i x_u + \sum_{i=1}^k b'_{ii} (x_i^2 - \bar{x}_i^2). \quad (1.16)$$

Для преобразования к обычной форме записи следует перейти от коэффициента  $b'_0$  к коэффициенту  $b_0$ , используя выражение

$$b'_0 = b'_0 - \sum_{i=1}^k b'_{ii} \bar{x}_i^2 \quad (1.17)$$

При этом дисперсия этого коэффициента рассчитывается по следующему соотношению

$$S_{b'_0}^2 = S_{b'_0}^2 + \sum_{i=1}^k S_{b'_{ii}}^2 \bar{x}_i^2 \quad (1.18)$$

В дальнейшем, зная дисперсию воспроизводимости, проверяют значимость коэффициентов и адекватность уравнения

$$\hat{y} = b_0 + \sum_{i=1}^k b_i x_i + \sum_{i,u=1}^k b_{iu} x_i x_u + \sum_{i=1}^k b_{ii} \bar{x}_i^2 \quad (1.19)$$

Значимость коэффициентов проверяется по критерию согласия Стьюдента  $t_i = |b_i| / S_{b_i}$ . Коэффициент значим, если  $t_i > t_{\alpha, m}$ , где  $m$  – число степеней свободы дисперсии воспроизводимости. Адекватность уравнения проверяется по критерию Фишера

$$F = S_{\text{адекватное}}^2 / S_{\text{воспроизвод}}^2$$

Уравнение значимо, если составлено таким образом  $F$  - отношение меньше теоретического:  $F < F_{\alpha; m_1; m_2}$ , где  $m_1 = (n - I)$  - число свободы дисперсии адекватности;  $m_2$  - число степеней свободы дисперсии воспроизводимости;  $I$  - число коэффициентов в уравнении регрессии второго порядка, равное числу сочетаний из  $(k + 2)$  по 2, т.е.

$$I = \frac{(k+2)(k+1)}{2}. \quad (1.20)$$

### 1.2.3 Рототабельные планы второго порядка

Как было установлено, план второго порядка, представленный в таблице 3, не обладает свойством рототабельности. Рототабельным называют планирование, для которого дисперсия отклика (выходного параметра)  $\bar{y}$ , предсказанного уравнением регрессии, постоянна для всех точек, находящихся на равном расстоянии от центра эксперимента. Экспериментатору заранее неизвестно, где находится та часть поверхности отклика, которая представляет для него особый интерес, поэтому следует стремиться к тому, чтобы количество информации, содержащееся в уравнении регрессии, было одинаково для всех равноотстоящих от центра эксперимента точек. Действительно, удаление от центра точек 5,6,7,8 в  $\sqrt{2} = 1,414$  раза меньше, чем удаление точек 1, 2, 3, 4 (см. рисунок 3, а), и, следовательно, коэффициент уравнения регрессии определяются с различной дисперсией. Бокс и Хантер предложили рототабельные планы 2-го порядка. Для того чтобы композиционный план был рототабельным, величину звездного плеча  $\alpha$  выбирают из условия

$$\alpha = 2^{\frac{k}{4}} \text{ при } k < 5 \quad \text{и} \quad \alpha = 2^{\frac{k-1}{4}} \text{ при } k \geq 5, \quad (1.21)$$

или в общем случае

$$\alpha = 2^{\frac{k-p}{4}}, \quad (1.22)$$

где  $k$  – число факторов;

$p$  – дробность реплики (для ПФЭ  $p = 0$ , для полуреплики  $p = 1$ , для четвертьреплики  $p = 2$  и т.д.).

Число точек в центре плана  $n_0$  увеличивают. В таблице 1.4 приведены значения  $\alpha$  для различного числа независимых факторов.

Таблица 1.4 - Значения звездных плеч и числа точек в центре ротатабельных планов

Параметр плана	Значение параметров при числе независимых факторов								
	$x_0 2$	$x_1 3$	$x_2 4$	5	6	6	6	7	7
Ядро плана	$2^2$	$2^3$	$2^4$	$2^5$	$2^{5-1}$	$2^6$	$2^{6-1}$	$2^7$	$2^{7-1}$
Звездное плечо	1,414	1,682	2,00	2,378	2,00	2,828	2,378	3,333	2,828
Число точек в центре плана $n_0$	5	6	7	10	6	15	9	21	14

Рассмотрим идею выбора значения звездного плеча  $\alpha$  на примере матрицы ротатабельного планирования второго порядка для  $k = 2$ , представленной в таблице 1.5.

Размещение точек этого плана показано на рисунке 3, б. Для обеспечения ротатабельности точек 5, 6, 7, 8 необходимо удалить их от центра плана на расстояние  $\alpha$  в  $\sqrt{2} = 1,414$  раз большее, чем удаление точек 1, 2, 3, 4 от осей  $x_1$  и  $x_2$ .

В результате этого все точки плана (таблица 1.5) оказываются лежащими на окружности. Учитывая существенно большее влияние на функцию отклика случайной ошибки в точке 9, рекомендуется ставить в этой точке плана не один, а несколько дублирующих опытов (в данном случае опыты с 9 до 13) для усреднения полученных результатов и для осуществления статистического анализа результатов всего эксперимента в целом.

Таблица 1.5 – Рототабельный план второго порядка

Номер опыта		Факторы						Результат
		$x_0$	$x_1$	$x_2$	$x_1x_2$	$x_1^2$	$x_2^2$	
Ядро плана	1	+1	-1	-1	+1	+1/3	+1/3	$y_1$
	2	+1	+1	-1	-1	+1/3	+1/3	$y_2$
	3	+1	-1	+1	-1	+1/3	+1/3	$y_3$
	4	+	+1	+1	+1	+1/3	+1/3	$y_4$
Звездные точки	5	+1	+1,414	0	0	2	0	$y_5$
	6	+1	-1,414	0	0	2	0	$y_6$
	7	+1	0	+1,414	0	0	2	$y_7$
	8	+1	0	-1,414	0	0	2	$y_8$
Центр плана	9	+1	0	0	0	0	0	$y_9$
	10	+1	0	0	0	0	0	$y_{10}$
	11	+1	0	0	0	0	0	$y_{11}$
	13	+1	0	0	0	0	0	$y_{12}$

Учитывая специфический характер рототабельного плана в общем виде, можно также получить формулы для расчета коэффициентов уравнения регрессии и их дисперсий

$$b_i = (c/n)(iy); \quad (1.23)$$

$$b_{ii} = \frac{A}{n} \left[ c^2[(k+2)\lambda - k](iy) + c^2(1-\lambda) \sum_{i=1}^k (iy) - 2\lambda c(oy) \right]; \quad (1.24)$$

$$b_{iu} = \frac{c^2}{n\lambda} (iuy); \quad (1.25)$$

$$S_{b_0}^2 = \frac{2A\lambda^2(k+2)}{n} \cdot S_{\text{вочн}}^2; \quad (1.26)$$

$$S_{b_{ii}}^2 = \frac{A[(k+2)\lambda - (k-1)c^2]}{n} \cdot S_{\text{вочн}}^2; \quad (1.27)$$

$$S_{iu}^2 = \frac{c^2}{n\lambda} S_{\text{вочн}}^2; \quad (1.28)$$

где  $(oy) = \sum_{j=1}^n x_{0j} y_j; \quad (iuy) = \sum_{j=1}^n x_{ij} x_{uj} y_j;$  (1.29)

$$(iy) = \sum_{j=1}^n x_{ij} y_j; \quad (i iy) = \sum_{j=1}^n x_{ij}^2 y_j; \quad (1.30)$$

$$C = \frac{n}{\sum_{j=1}^n x_{ij}^2}; \quad A = \frac{1}{2\lambda[(k+2)\lambda - k]}; \quad (1.31)$$

$$\lambda = \frac{nk}{(k+2)n_1} = \frac{k(n_1 + n_0)}{(k+2)n_1}. \quad (1.32)$$

Здесь  $n_0$  - число опытов в центре плана;  $n_1$  - число остальных опытов.

Матрица рототабельного планирования, оказывается неортогональной, так как

$$\sum_{j=1}^n x_{0i} x_{uj}^2 \neq 0; \quad \sum_{j=1}^n x_{uj}^2 \cdot x_{ij}^2 \neq 0; \quad i \neq u. \quad (1.33)$$

Следовательно, если какой-либо из квадратичных эффектов оказался незначимый, то после его исключения коэффициенты уравнения регрессии



необходимо пересчитать заново. При использовании рототабельных планов второго порядка дисперсию воспроизводимости можно определить по опытам в центре плана. В связи с этим при проверке адекватности уравнения регрессии, полученного по рототабельному плану второго порядка, поступают следующим образом.

Находят остаточную сумму квадратов

$$S_1^2 = \sum_{j=1}^n (y_j - \hat{y}_j)^2. \quad (1.34)$$

с числом степеней свободы

$$m_1 = n - 1 = n - \frac{(k + 2)(k + 1)}{2}. \quad (1.35)$$

По опытам в центре плана определяют сумму квадратов воспроизводимости

$$S_2^2 = \sum_{j=1}^n (y_{0j} - \bar{y}_{0j})^2 \quad (1.36)$$

с числом степеней свободы  $m_2 = n_0 - 1$ .

Далее находят сумму квадратов, характеризующих неадекватность  $S_3^2 = S_1^2 - S_2^2$ , число степеней свободы которой

$$m_3 = m_1 - m_2 = n - \frac{(k + 2)(k + 1)}{2} - (n_0 - 1). \quad (1.37)$$

Проверяют значимость по критерию согласия Фишера

$$F = \frac{S_3^2 / m_3}{S_2^2 / m_2}. \quad (1.38)$$

Уравнение значимо, если  $F < F_{\alpha}$ .

Если модель второго порядка оказалась неадекватной, следует повторить эксперименты на меньшем интервале варьирования факторов или перенести центр плана в другую точку факторного пространства. В тех случаях, когда адекватность модели по-прежнему не достигается, рекомендуется перейти к планам третьего порядка [1].

Использование теории планирования эксперимента является одним из путей существенного повышения эффективности многофакторных экспериментальных исследований. Под планированием эксперимента понимают процедуру выбора числа и условий проведения опытов, необходимых и достаточных для решения поставленной задачи с требуемой точностью. Основные преимущества активного эксперимента связаны с тем, что он позволяет:

1. Минимизировать общее число опытов.
2. Выбирать четкие логически обоснованные процедуры, последовательно выполняемые экспериментатором при проведении исследования.
3. Использовать математический аппарат, формализующий многие действия экспериментатора.
4. Одновременно варьировать всеми переменными и оптимально использовать факторное пространство.
5. Организовать эксперимент таким образом, чтобы выполнялись многие исходные предпосылки регрессионного анализа.
6. Получать математические модели, имеющие лучшие в некотором смысле свойства по сравнению с моделями, построенными из пассивного эксперимента.
7. Рандомизировать условия опытов, то есть многочисленные мешающие факторы превратить в случайные величины.
8. Оценивать элемент неопределенности, связанный с экспериментом, что дает возможность сопоставлять результаты, полученные разными исследователями.

В планировании экспериментов применяются в основном планы первого и второго порядков. Планы более высоких порядков используются в инженерной практике редко [2].

## 1.3 Критерии плана эксперимента

### 1.3.1 Критерии оптимальности плана

В математической теории планирования эксперимента критерии оптимальности играют роль аксиом. Они, как и в любой другой науке, принимаются без доказательств, их правомерность основывается на интуитивном представлении исследователя о том, что предоставляет собой хороший эксперимент. Будучи сформулированными на математическом языке (на выводах теорий статистики и вероятностей), критерии оптимальности становятся теми исходными элементами, на которых строится теория планирования эксперимента [15].

В планировании эксперимента различают более 20 критериев оптимальности. Каждый из них определяет конкретные условия проведения опытов и их количество или, при геометрическом представлении, определенным образом располагают точки плана в исследуемом факторном пространстве с целью получения наиболее точного математического описания исследуемого процесса. С этой целью в настоящее время разработано очень большое число планов, в настоящей работе рассмотрены лишь отдельные из них в качестве примеров. Наиболее уникальной работой является [19], где собрано более 10 тыс. планов, построенных на различных критериях. Конкретная форма критерия зависит прежде всего от типа решаемой задачи, хотя даже в рамках одного типа задач могут быть предложены различные критерии.

Все критерии оптимальности в целях наглядности интерпретации принято подразделять на две большие группы. К первой группе относятся критерии, связанные с точностью оценок коэффициентов регрессии, а ко второй – критерии и свойства планов, связанные с ошибкой в оценке поверхности отклика (с предсказательными свойствами уравнения регрессии). Наибольшее применение среди критериев первой группы имеют D-, A-, E- оптимальности и ортогональности, а среди второй группы – G-, I-, Q- оптимальности, ротатабельности и равномерности. Критерии этих групп сводятся к некоторым требованиям,

предъявляемым в виду матрицы  $\mathbf{C} = (\mathbf{X}^T\mathbf{X})^{-1}\sigma^2$ , называемой ковариационной, или к матрице  $\mathbf{M} = \mathbf{X}^T\mathbf{X}/N$ , называемой информационной; где  $\mathbf{X}$  – матрица коэффициентов;  $\sigma^2$  – дисперсия ошибки одного наблюдения, в качестве оценки  $\sigma^2$  в случае адекватной модели принимается оценка остаточной дисперсии (оценка дисперсии неадекватности) [11].

Для иллюстрации сказанного обратимся к основным выводам теории математической статистики. Ранее было показано, что уменьшение доверительного интервала, связанного с уменьшением величины дисперсии, увеличивает точность результата. Отсюда вывод: при известной оценке  $s^2$  дисперсии ошибки наблюдения  $\sigma^2$  уменьшения  $s(b_i)$  можно добиться в конечном итоге за счет соответствующего выбора элементов матрицы коэффициентов  $\mathbf{X}$ . Но сама матрица  $\mathbf{X}$  при конкретном способе обработки результатов опытов (МНК) определяется значениями факторов в опытах, числом опытов  $N$  и видом получаемой модели.

Таким образом, в математической теории планирования эксперимента, положив в основу, в частности, уменьшение тех или иных дисперсий (доверительных интервалов), исследователю предложены «лучшие» планы экспериментов. Поэтому активный эксперимент предпочтительнее пассивного.

Сказанное интерпретируется и геометрически. В случае одного параметра  $b$  его истинная величина  $\beta$  для генеральной совокупности попадает в отрезок  $b + \Delta b$ , где  $\Delta b$  - величина доверительного интервала. В случае двух параметров  $b_1$  и  $b_2$  величины их доверительных интервалов в отдельности также представляют собой отрезки, но их совместная доверительная область представляют собой эллипс (“эллипсоид рассеивания”), который строится по определенной формуле (рисунок 1.4) [1, 7, 15]. Когда число параметров больше четырех, геометрическое представление невозможно.

Как видно из формул и рисунка 1.4 оценки дисперсий разных параметров  $b_i$  и функции отклика в разных точках (опытах) плана эксперимента в общем случае могут быть разными. Очевидно, что было бы лучше, если бы они все имели одинаковые и минимально возможные значения (например, рисунок 1.4, в). Желательно и другое: если какой-то коэффициент регрессии  $b_i$  в силу незначимости

исключен из уравнения, то его влияние (точнее влияние фактора  $x_i$  при  $b_i$ ) не должно сказываться (или наоборот) на значении другого параметра  $b_j$ . Наличие линейной связи между  $b_i$  и  $b_j$  определяется с помощью оценки коэффициента корреляции

$$r_{ij} = \frac{\text{cov}(b_i, b_j)}{[s(b_i)s(b_j)]^{0.5}}, \quad (1.39)$$

где ковариация  $\text{cov}(b_i, b_j) = s^2(\mathbf{X}^T \mathbf{X})_{ij}^{-1}$ ;  $0 \leq r_{ij} \leq 1,0$ , близость  $|r_{ij}|$  к 1,0 указывает на их более тесную связь.

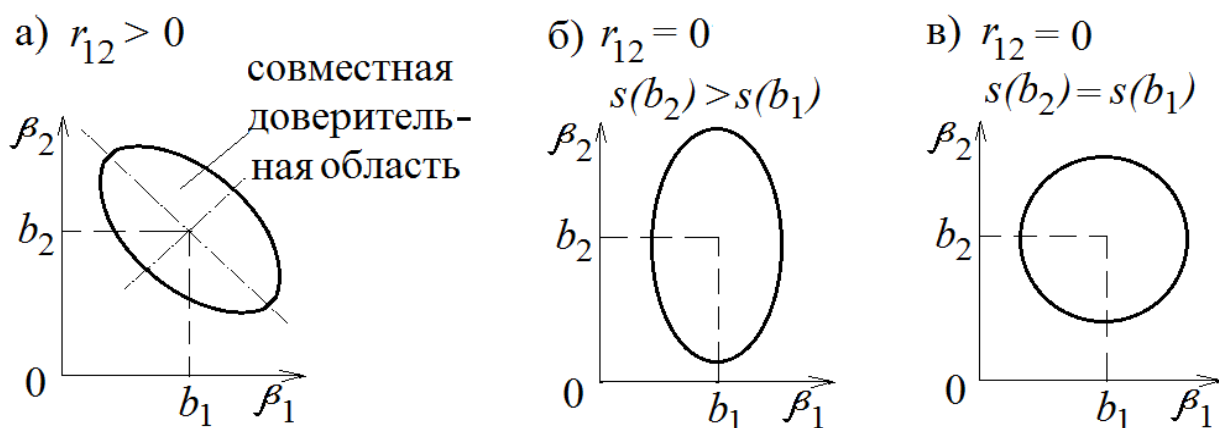


Рисунок 1.4 – Совместные доверительные интервалы двух параметров

Рассмотрим основные критерии оптимальности и свойства планов эксперимента, на основе которых построены различные планы [7, 15].

D-оптимальный план минимизирует обобщенную дисперсию оценок коэффициентов регрессии (значение определителя ковариационной матрицы) или с геометрической точки зрения это означает минимизацию объема эллипсоида рассеяния данных оценок. Критерий D-оптимальности является одним из наиболее важных и наиболее часто используемых критериев оптимальности в теории планирования эксперимента.

A-оптимальному критерию отвечают планы с минимальной средней дисперсией оценок коэффициентов регрессии (наименьший след ковариационной матрицы – наименьшая сумма оценок дисперсий отдельных коэффициентов

регрессии). С геометрической точки зрения эллипсоид рассеяния при А-оптимальном плане обладает наименьшей суммой квадратов длин осей, тогда параллелепипед, описанный около эллипсоида рассеяния, имеет минимальную длину диагонали.

Е-оптимальным планам соответствует наименьшее максимальное собственное значение ковариационной матрицы, то есть не допускается, чтобы отдельные коэффициенты регрессии имели большой доверительный интервал. Геометрически таким планам соответствует эллипсоид рассеяния с наименьшей максимальной осью.

Ортогональным планам соответствует диагональная ковариационная матрица оценок, то есть все оценки параметров модели являются независимыми; эллипсоид рассеяния в факторном пространстве ориентирован таким образом, что направление его главных осей параллельны направлениям факторных осей (рисунок 1.4, б, в). Такие планы лучше использовать в задачах выявления в чистом виде влияния на отклик отдельных факторов, отбрасывание незначимых коэффициентов регрессии из уравнения не скажется на значениях остальных коэффициентов.

Среди критериев, связанных с точностью оценки функции отклика, отметим следующие.

G-оптимальности план минимизирует максимальную дисперсию предсказания отклика по эмпирическому уравнению в принятой области изменения факторов (области планирования). Применение G-оптимального плана как бы дает экспериментатору гарантию, что в области планирования не окажется отдельных точек, в которых точность оценки поверхности отклика будет слишком низкой.

Q-оптимальные планы минимизируют среднюю дисперсию оценки модели (предсказательные свойства уравнения регрессии в области изменения факторов в целом являются лучшими). Q-оптимальный план позволяет удовлетворить естественное желание исследователя получить на основании малой выборки опытов зависимость, дающую меньшую погрешность при сравнении с результатами других опытов или с натурными данными, не учетными при построении искомой модели.

Для получения хороших предсказательных свойств уравнения регрессии в случае экстраполяции план эксперимента должен одновременно удовлетворять Q- и G-критериям оптимальности. Эффективные по этим критериям планы лучше использовать в задачах поиска моделей исследуемого явления.

Ротатабельные планы позволяют получить одинаковую дисперсию предсказанных значений функции отклика во всех равноудаленных от центра эксперимента точках, поэтому любое направление от центра эксперимента является равнозначным в смысле точности оценки поверхности отклика. Линии равной дисперсии предсказания для ротатабельного планирования являются гиперсферами. Такие планы лучше использовать в задачах оптимизации, особенно на начальном этапе исследования.

Униформные планы характеризуются постоянным значением дисперсии предсказанных значений функции отклика в некоторой области планирования вокруг центра эксперимента.

Рассмотрим далее некоторые свойства планов, которые не относятся к строгим основным критериям оптимальности, но имеют важное практическое значение

Композиционность плана дает возможность применять результаты опытов одного из предшествующих этапов для использования на следующем этапе, если модель, полученная на предшествующем этапе, неадекватна и требуется построение более сложных моделей. Такие планы лучше использовать в случае неуверенности исследователя в виде бедующей модели.

Насыщенным называется план, для которого число независимых опытов равно числу неизвестных параметров регрессии. Такой план является самым экономичным и рекомендуется применять на начальной стадии исследования. При этом в случае неадекватности модели можно получить хотя бы приближенное представление об исследуемом технологическом процессе или явлении.

Рандомизация – случайный порядок проведения опытов (например, на каждой из  $N$  карточек записывается один номер опыта, затем порядок выполнения опытов определяется выниманием наугад одной карточки (с последующим возвратом) из

колоды). Соблюдение условия рандомизации необходимо для исключения (сведения к минимуму) влияния на отклик случайных факторов.

Простота вычислений и наглядность представления результатов опытов могут быть конкурентоспособными при сравнении с результатами других авторов или для экономии времени непосредственно в собственной работе.

Построение планов, отвечающих тем или иным критериям оптимальности, является достаточно сложной задачей, решаемой на ЭВМ с помощью численных методов. С другой стороны, каждый критерий выдвигает свои требования к ковариационной матрице. Поэтому планов, удовлетворяющих одновременно многим критериям, совсем мало (в основном позволяющие получать простые модели). В этой связи при решении определенной задачи исследователю приходится остановиться на одном из основных критериев, по остальным – принимать некоторое компромиссное решение. Эффективность различных планов по критериям оптимальности, необходимая для практического выбора конкретного плана, дается в сводной таблице в [15], а также в достаточно обширной литературе, где приводятся те или иные планы [17].

### 1.3.2 Стратегия постановки экспериментального исследования

При разработке новых технологий или решении других проблем встречаются задачи поиска моделей этих процессов и (или) оптимизация исследуемого процесса. При исследовании поставленных проблем встречаются задачи, когда теоретическое решение отсутствует, особенно это относится к сложным многофакторным процессам. И тогда единственным инструментом для инженеров, научных работников, технологов и студентов остается проведение эксперимента и обработка результатов с целью извлечения полной и исчерпывающей информации. Для повышения эффективности научных исследований на стадиях разработки,



исследования и эксплуатации изучаемых процессов видится полезным учет нижеследующих рекомендаций.

С начала 80-х годов прошлого столетия методологической основой экспериментальных исследований в нашей стране стала математическая теория планирования эксперимента, которая базируется на приложениях теории вероятности и математической статистики. а в настоящее время дисциплину «Математическое планирование эксперимента» изучают во многих ведущих вузах страны или же это является составной частью других дисциплин, например, основ научных исследований.

Планирование эксперимента представляет собой процедуру выбора числа и условий проведения опытов, необходимых и достаточных для решения поставленной задачи с требуемой точностью. При этом существенными являются вопросы минимизации общего числа опытов, что определяет время получения конечного решения и затраты на достижение цели. Для этого в каждом опыте одновременно варьируют всеми переменными, определяющими исследуемое явление, используют математический аппарат, формализующий действия экспериментатора при проведении и обработке результатов опытов и т.д. Не менее важным представляется выбор стратегии дальнейших действий после проведения и обработки результатов одной или нескольких серий экспериментов.

Основные работы по теории планирования эксперимента появились во второй половине XX века. Уникальной следует считать каталог планов [19], где приведено свыше 10 тыс. планов эксперимента. Можно отметить и другие работы последних лет издания по подготовке к проведению экспериментов, реализации и обработке результатов опытов [17, 13, 14, 18, 20]. Особо нужно выделить работу [15], где изложена логика теории математического планирования эксперимента.

Цель настоящего раздела заключается в анализе некоторых актуальных положений, способствующих улучшению качества постановки экспериментальных исследований, правильной обработке и интерпретации результатов опытов. Необходимость в таком анализе продиктована сложившимися тенденциями в этой области. Кроме того, в литературе изложение части вопросов по постановке

эксперимента является или не совсем компактным, последовательным, полным в одном источнике, или сложное математическое изложение, не подкрепленное примерами, в большинстве случаев отпугивает экспериментатора.

Таким образом, последовательность постановки, проведения, обработки и интерпретации результатов опытов видится в следующем.

1. Исследователь затрудняется при выборе из большого множества различных планов одного «лучшего» для решения конкретной задачи. Анализ достаточно большого количества работ научно-исследовательского характера показывает, что в более 95 % случаях эксперимент проведен без обоснования, по произвольно принятому плану. Одна из причин заключается в простом желании быстрого получения решения. На самом деле для выбора плана нужно время, соизмеримое со временем проведения самого эксперимента [15]. Это связано с ответом на нижеследующие вопросы. При общении с экспериментаторами из разных регионов страны выяснилось также, что применение методов планирования эксперимента считается известным и пройденным этапом. Однако практически никто не ответил на вопрос: а как выбрали именно этот план эксперимента для решения своей задачи, не говоря о других «мелочах» вроде значений уровней варьирования фактора внутри диапазона его изменения и др.

Методика сравнительно однозначного выбора плана эксперимента разработана с учетом рекомендаций [15] и исходя из опыта применения теории планирования эксперимента и заключается в следующем [1, 3]:

а) нужно априорно установить вид предполагаемой математической модели исследуемого явления. Этот этап является самым важным и ответственным при проведении исследований с привлечением теории планирования эксперимента, поскольку модель часто неизвестна и является искомой, а конкретный план позволяет получить определенный наперед заданный вид модели. Обработка результатов опытов позволит оценить лишь неизвестные параметры этой (может быть, неверно принятой) модели некоторым наилучшим способом. Полученная модель в конечном итоге может не выдержать проверки на адекватность и работоспособность.

Рекомендации по установлению вида модели могут быть следующими: на основе теоретических предпосылок, данных других исследователей, собственных графиков по предварительным сериям опытов, интуиции, а также степенные зависимости, которыми неплохо описывается широкий класс технических задач и которые при необходимости путем преобразований (например, логарифмирования) легко приводятся к линейному виду;

б) выбор числа уровней варьирования каждого фактора. Это зависит от полноты и точности исследования, вида модели (для линейных моделей достаточно принять два уровня – для проведения прямой достаточно иметь две точки), ширины интервала варьирования фактора на практике, желания исследователя и т.д.;

в) определиться: в чем план эксперимента должен быть хорошим. Например, если исследователь хочет получить гарантию в том, что даже при отдельных значениях факторов из области их определения полученная модель не даст больших расхождений при сравнении с натурными или другими реальными данными, надо выбрать  $Q$ -оптимальный план. А если исследователю нужна одинаковая точность во всех точках, нужно выбрать равномерный план. Естественно также желание получить хорошие предсказательные свойства эмпирической модели в случае экстраполяции, тогда план эксперимента должен одновременно удовлетворять  $Q$ - и  $G$ -критериям оптимальности. Таких критериев оптимальности, на основе которых построен тот или иной план эксперимента, более 20. Поэтому на стадии выбора плана эксперимента исследователю нужно выбрать статистические критерии, по которым искомый план должен быть оптимальным. Задача несколько облегчается тем, что в случае малого числа факторов (ориентировочно до 4) большинство планов оптимально одновременно по многим критериям. Критерии оптимальности диктуют численные значения уровней варьирования каждого фактора внутри интервала, а также условия проведения конкретного опыта;

г) определение желаемого или возможного количества опытов (минимальное количество опытов соответствует критерию насыщенности).

Зная число факторов, число уровней варьирования каждого фактора, количество желаемых опытов, критерии оптимальности плана и вид математической

модели исследуемого явления следует обратиться к обширной литературе по планированию эксперимента [19]. Выдвигаемым требованиям будет соответствовать очень узкий круг планов, то есть исследователю будет не трудно обоснованно выбрать один план эксперимента для решения поставленной задачи.

2. Необходимо обратить внимание на правильную обработку результатов опытов – имеется в виду полнота обработки, последовательность и выводы практического применения конечных формул или рекомендаций [1, 11, 18]. Поясним сказанное на примере.

В начале исследовательской работы пришлось заняться изучением вопроса размыва (разрушения) потоком воды отводящего русла за водосбросными сооружениями. Обзор работ по этой теме показал, что в мире на то время другими авторами предложено множество формул. Помимо сомнений продолжения исследований в этой области появился и такой вопрос: кто поверит еще в одну формулу и чем она будет предпочтительней. С другой стороны, существующие формулы получены из эксперимента или на основании других соображений, то есть каждый из авторов прав, но почему тогда при решении конкретной практической задачи формулы дают разброс, а каждый из исследователей предпочитают только свою методику.

Таких примеров из самых различных областей, к сожалению, можно привести большое множество и каждая научная школа придерживается своей методики. Но если каждый из этих исследователей на завершающем этапе обработки оценили бы доверительные интервалы, то их результаты имели бы общую зону совпадения, а это позволило бы более точно предсказать величину размыва. Вывод сводится к тому, что нужно предложить не просто формулу, а формулу с доверительными интервалами, тогда вместо противостояния разные методики дополнили бы друг друга.

3. Серьезное внимание приходится уделять применению ЭВМ при обработке данных. Соответствующие программы на различных языках разработаны давно, такие возможности имеют, например, и электронные таблицы (Excel и др.), имеются специализированные пакеты программ. На сегодня подавляющее большинство

исследователей пользуется готовыми пакетами и программами и очень редко программами собственной разработки. Каждая из указанных способов обработки данных имеет свои преимущества и недостатки. Дело в том, что так называемые стандартные программы отбрасывают (исключают из рассмотрения) статистически незначимые факторы и формально это правильно. Но в некоторых задачах может оказаться, что на самом деле тот или иной фактор на исследуемый процесс влияет и его нужно в конечной модели сохранить, а незначимость в конкретном случае могла быть вызвана узким интервалом варьирования этого фактора в опытах, нахождением в области экстремума, другими причинами. Только опытному экспериментатору виднее, от каких факторов исследуемое явление зависит. В п. 6.3 приведена программа, которая, в частности, по желанию исследователя позволяет сохранять в конечной модели и незначимые факторы, имеет некоторые другие особенности, например, ранжирование факторов по степени их влияния на исследуемую функцию.

4. Оказание помощи исследователям в поиске научной новизны в той или иной области при выполнении диссертационных работ. В этом вопросе всем трудно, особенно начинающим молодым исследователям: ведь во всем мире уже много лет данной проблемой занимаются специалисты поопытнее, а как найти что-то новое?! Первая рекомендация заключается в обоснованном применении методов планирования эксперимента при исследовании даже решенной задачи, тогда в подавляющем большинстве случаев (а для многофакторных задач всегда) результаты исследований будут более точными и достоверными.

Другая рекомендация заключается в доисследовании решенной задачи (в случае не обследования всей области определения искомой функции) или в усложнении задачи путем учета бóльшего числа факторов (такowymi являются почти все природные явления). Но здесь возникает трудность охвата и исследования многомерного факторного пространства. Например, если исследователь учел 6 факторов и в опытах без привлечения аппарата теории планирования эксперимента каждый фактор варьировал на 4 уровнях, но при этом не провел необходимое число опытов при полнофакторном эксперименте  $N = 4^6 = 4096$ , значит, явление

недоисследовано. Если посмотреть в корень некоторых подобных исследований по многофакторным задачам, то можно увидеть характерные условия проведенных опытов.

Для пояснения сути такого подхода рассмотрим условный пример. Пусть искомой функцией являются вещи, которые нужно обнаружить в темной комнате, и эта функция зависит от трех параметров:  $x_1$ ,  $x_2$  и  $x_3$ . Опыты проводятся (поиск ведется) следующим образом. Сначала изменяется фактор  $x_1$  (ходим) вдоль ширины комнаты с определенным шагом при постоянных  $x_2$  и  $x_3$ . Далее при постоянных  $x_1$  и  $x_3$  меняют  $x_2$  (идем) вдоль длины и на последнем этапе меняется  $x_3$  по высоте комнаты при постоянных  $x_1$  и  $x_2$ . На этом поиск завершается.

Таким образом, трехмерное факторное пространство наглядно доказывает несостоятельность такого подхода, заключающегося в поочередном изменении отдельных факторов и постоянных остальных. А теория математического планирования эксперимента то же самое или даже меньшее число опытных точек «разбрасывает по всей комнате», тем самым охватывается вся область определения искомой функции (конкретное расположение обследуемых точек в «комнате» определяется, как было отмечено, критериями оптимальности плана, положенными в основу построения того или иного плана эксперимента).

5. Не редки случаи, когда модель, полученная в результате обработки опытных данных, проверяется с помощью тех же опытов, на основе которых она построена. А во-вторых, закоренелым является и такое виденье (при слабой математической подготовке): если нет графиков, значит, явление не исследовано.

Понятно, что в случае многофакторного явления графики мало о чем говорят, они являются лишь частными случаями из громадного числа возможных. С другой стороны, при активном эксперименте в каждом отдельном опыте одновременно изменяются все или несколько факторов. Это означает, что по результатам таких опытов (назовем это основной серией) привычные одномерные графики нельзя построить. А поступать рекомендуем так: провести дополнительные опыты, изменяя по одному фактору при постоянных других, если это особо не затруднительно. При этом изменять нужно более значимые факторы, установленные в результате

обработки результатов основной серии опытов. Результаты дополнительных опытов, называемых независимыми, помогут проверять работоспособность модели, полученной по основной серии опытов.

Кроме того, по результатам однофакторных независимых опытов можно построить графики. Это наглядно покажет влияние существенного фактора на исследуемую функцию (в какой-то степени качественно и в какой-то количественно), удовлетворит требования сторонников графического изображения, сама научно-исследовательская работа получится бóльшего объема и т. д. Для проверки работоспособности модели кроме независимых опытов нужно искать натурные (если основная серия опытов проведена в лаборатории) или другие данные из реальной жизни.

6. При необходимости формулы должны содержать не только количественные, но и качественные факторы, которые не поддаются обычному измерению (например, цвет, вкус, запах, марка, сорт и т. п.). При этом надо помнить, что с этим связана некоторая особенность при обработке данных [11, 29 и др.].

7. Желательно применять планы с разным числом уровней варьирования разных факторов, а число повторов отдельных опытов должно быть обосновано. Анализ работ, выполненных с привлечением методов планирования эксперимента, показывает, что в подавляющем числе примерах все факторы имеют одинаковое число уровней варьирования (2 или 3) и одинаковое число повторов опытов. Отчасти это потому, что в более популярной и широко распространенной литературе по планированию эксперимента приведены только такие планы. В то же время любой исследователь скажет, что практически во всех задачах факторы не равнозначны и не имеют одинаковый диапазон варьирования, степень влияния и т. д., значит, должны иметь разное число уровней варьирования.

8. В некоторых случаях невозможно, а иногда и не имеет физического смысла соблюдать все требования активного эксперимента по всему циклу или отдельным опытам (требование независимости или управляемости фактора и т.д.). Например, урожайность винограда сильно зависит от солнечной энергии, но этот фактор не управляем (на больших площадях и на протяжении всего сезона) и его невозможно

поддерживать на требуемых плановых уровнях. Начинающие исследователи в таких случаях теряются, а порой и отказываются от активного эксперимента. В таких случаях нужно разумно сочетать элементы пассивного и активного эксперимента, максимально придерживаясь активного плана. Конечно, решение получится менее точным (доверительный интервал искомой функции будет не самым узким), но чем ничего - возможное будет предложено.

9. Большинство исследователей при проведении опытов в лаборатории поступают правильно, соблюдая требования теории подобия и размерностей и представляя результаты в критериальном (безразмерном) виде. Это облегчает перенос результатов модельных опытов в натуру. Возможно, излишне напомнить о том, чтобы в опытах варьировались все физические факторы, входящие в каждый критерий или безразмерный комплекс.

С многофакторными задачами связывают выражение «проклятие размерности» из-за катастрофического роста числа опытов с ростом числа факторов или уровней варьирования. Так, при 4 уровнях и 3 факторах необходимое число опытов в случае полнофакторного эксперимента  $N = 4^3 = 64$ , а при 8 факторах  $N = 4^8 = 65\,536$ . При решении таких задач единственным способом остается применение методов планирования эксперимента, причем небольшим числом опытов достигается более точное решение.

Правда, для достижения подобных показателей нужно иметь предварительную подготовку по постановке и обработке результатов опытов, знать существующие разработки других авторов по решаемой проблеме. Но все окупается экономией людских и материальных ресурсов, а ускорение во времени получения новой технологии и досрочный ее ввод в эксплуатацию позволит получить дополнительно и прибыль с оборота.

В заключении этого раздела отметим: в силу разных причин настоящая работа не претендует на всю полноту изложения вопросов, связанных с постановкой экспериментальных исследований. Однако в ней на основе анализа большого количества работ научно-исследовательского характера и исходя из многолетнего практического опыта работы в этой области, затронуты актуальные вопросы,



которые окажут существенную помощь не только начинающему исследователю в формировании правильного подхода при экспериментальном исследовании сложных многофакторных явлений и изучении соответствующей литературы.

К таким вопросам относятся: необходимость применения методов математического планирования эксперимента и теории подобия и размерностей, обоснованный выбор плана проведения опытов, указание в практических рекомендациях или в конечной модели доверительных интервалов, проверка модели на данных из реальной жизни, учет в модели при необходимости качественных и статистически незначимых факторов, полнота исследования области определения искомой функции. Примеры проведения исследований в рекомендуемом формате даны в следующем разделе.

#### **1.4 Новые методы оценки технологических качеств зерна пшеницы с использованием информационных технологий**

Определение и методология использования термина «жизненный цикл» закреплены в стандарте ISO 14040-99 (принципы и структура) - одном из серии международных стандартов, описывающих требования к системе менеджмента качества организаций и предприятий.

Непосредственно с концепцией жизненного цикла связана система менеджмента качества, основные принципы которой заложены в стандарте ISO 9000:2005. Серия стандартов ISO 9000 разработана Техническим комитетом 176 (ТК 176) Международной организации по стандартизации. В основе стандартов лежат идеи и положения теории всеобщего менеджмента качества (Total Quality Management, TQM).

Применительно к зерноперерабатывающей отрасли, включающей мукомольные и хлебопекарные предприятия, жизненный цикл зерна представляет собой последовательные связанные уровни технологии пищевых производств –

начиная с выращивания и переработки зерна до реализации готовой продукции населению.

Системный подход к зерноперерабатывающему производству в рамках системы менеджмента качества подразумевает описание входных (сырье) и выходных (продукция) потоков, а также всех стадий превращения сырья, которые оно претерпевает при производстве конкретного продукта.

Действующая система критериев технологических свойств пшеницы должна обеспечивать высокое качество на всех этапах производства и переработки зерна. Однако, многолетний анализ показывает, что признаки качества зерна, контролируемые на протяжении всего жизненного цикла пшеницы, не отвечают современным требованиям.

Недоверие к показателям качества, стандартизированным ГОСТ - натуре, стекловидности, числу падения, количеству и качеству клейковины связано с большой ролью в их формировании факторов внешней среды. Отсюда следует необходимость в дополнении стандартизированных показателей анализами структурно-механических, физико-химических, и прочих технологических свойств зерна.

Актуальными для пищевой промышленности являются исследования, направленные на разработку систем мониторинга потребительских свойств продуктов переработки зерна и готовых изделий, в частности, макаронных изделий.

Комплексные связи исследуемых технологических свойств зерна (структурно-механических качеств зерна), муки (реологических свойств теста), полуфабрикатов в виде теста, готовых макаронных изделий можно представить в виде схемы (рисунок 1.5).

При системном подходе к вопросу формирования качества готовой продукции необходимо выявить показатели, влияющие на показатели качества макаронных изделий в наибольшей степени. Желательно использовать для оценки качества как можно меньшее количество показателей, поскольку введение в систему оценки множества показателей увеличивает погрешность определения, трудоемкость

анализов, создает дополнительные материальные затраты на проведение измерений на производстве.

При этом необходимо пользоваться наиболее информативными показателями, максимально полно характеризующими качества зерна и позволяющими прогнозировать качество полученной из него продукции. Для выявления таких показателей проводили исследования взаимосвязи показателей качества зерна, муки макаронного помола, макаронных полуфабрикатов и готовых изделий.

Традиционный способ определения количества и качества клейковины зерна пшеницы основан на отмывании клейковины из размола зерна по стандартному методу согласно требованиям ГОСТ Р 54478-2011. Количество отмывтой клейковины определяют взвешиванием, качество клейковины определяют на приборах ИДК-1М, ИДК-2. Данный метод сопряжен со значительными временными и трудовыми затратами, необходимостью в точном дозировании и поддержании температурно-влажностного режима, а также характеризуется высокой субъективной погрешностью, даже при использовании известной автоматизации и механизации процесса отмывания и анализа клейковины.

Использование ИК-спектрометров в экспресс-анализах с этой целью позволяет снизить трудовые и временные затраты, но не приводит к повышению точности оценки. Клейковина представляет собой сильно гидратированный гель, состоящий не только из белков, но и углеводов, липидов, минеральных веществ. Оценка количества клейковины на основе спектроскопического анализа количества белков зерна снижает точность определения. Качество клейковины в большей степени зависит не только от состава и соотношения различных фракций, входящих в состав клейковины белков, но и от степени их гидратации. Снятие спектра в ближней ИК-области относительно слабо характеризует данную характеристику клейковины.

Для определения технологических качеств зерна предлагается проводить фрактографический анализ частиц размола зерна. Фрактографическое исследование включают в себя изучение изломов не только невооруженным глазом, но и использованием оптического и электронного микроскопирования. Наиболее

целесообразно пользоваться для анализа размола зерна, ввиду их размеров, методами оптической микроскопии.

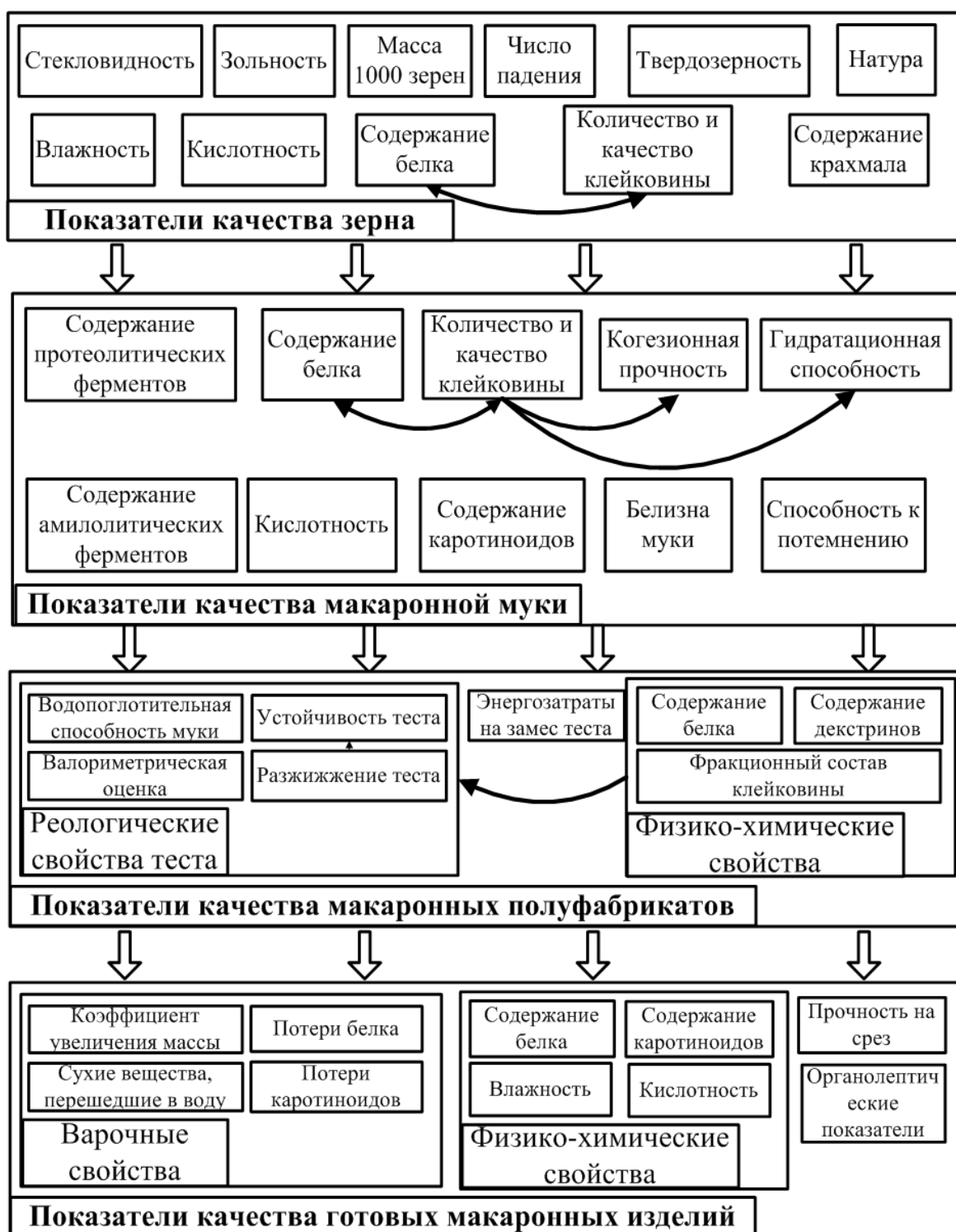


Рисунок 1.5 - Взаимосвязи исследуемых показателей качества пшеницы

Фрактографический анализ можно рассматривать как расширенный и модифицированный метод гранулометрического анализа мелкодисперсионных систем. В теории гранулометрического анализа оперируют такими характеристиками частицы как: длина, ширина, площадь, периметр, размер осей эллипса и др. На их основе рассчитываются параметры частиц более сложного порядка: эквивалентный размер, соотношение осей эллипса, коэффициент вытянутости частицы (отношение длины к ширине) и пр. О форме частиц чаще всего судят по показателям: коэффициенту округлости частиц – представляющим собой отношение площади двухмерной проекции частицы к ее периметру, эквивалентному диаметру частицы – представляющим собой квадратный корень из площади проекции частицы, и подобных им. Современные информационные технологии позволяют использовать для описания форм частиц более сложные и точные характеристики.

В центре прикладной физики МГТУ им. Б.Э.Баумана разработано гранулометрическое измерительное устройство ГИУ-1, реализованное на базе биологического микроскопа БИОЛАМ, позволяющее исследовать дисперсный и гранулометрический состав муки: производить измерение площадей отдельных частиц в пробе, определять морфологические особенности отдельных частиц. Однако, данные параметры недостаточно характеризуют форму частиц размола зерна, которая тесно связана с технологическими свойствами пшеницы и продуктов ее переработки.

Санкт-Петербургская ООО «Наноимпэкс» разработала PartAn 3001 L – Анализатор размера и формы частиц. Устройство имеет управляемую компьютером систему подачи образца, состоящую из: вибрационного устройства, желоба, воронки, воронки автоматического контроля высоты. Применяемое в данном анализаторе программное обеспечение дает возможность получить результаты по размеру частиц в длину, ширину, площади, периметру. Измеряются такие параметры частиц как: длина, ширина, площадь, периметр, основная и малая оси эллипса, на основе которых рассчитываются параметры, непосредственно характеризующие форму частиц, такие как эквивалентный диаметр, соотношение

осей эллипса, компактность, округлость, вогнутость и выпуклость. Параметры, характеризующие форму частиц, основываются на значениях длины, ширины, площади, периметра, что недостаточно для объективного описания всего многообразия морфологических характеристик частиц размола зерна.

Задача определения качества зернопродуктов решалась специалистами Алтайского государственного технического университета им. И.И. Ползунова (г. Барнаул). В предлагаемых ими способах оценки качества зерна затронуты анализы стекловидности и засоренности зерна, гранулометрический анализ, в котором в качестве геометрических параметров используются длина, ширина, площадь и периметр зерновки. Для повышения точности и производительности анализов стекловидности и засоренности зерна задействованы искусственные нейронные сети. Однако, в данном способе отсутствует реализация определения качества размола зерна.

Фрактография, в широком смысле, включает в себя методы исследования изломов материалов, строения поверхностей разрушений, микроструктуры веществ. Частицы размола зерна представляют собой такие поверхности. Получаемые специальным инструментарием изображения размола зерна можно подвергнуть компьютерной обработке с использованием алгоритмов технического зрения.

Компьютерное или техническое зрение может использоваться для самого разнообразного вида задач. В наших исследованиях оно использовалось для решения частных задач: обнаружения объектов (частиц размола зерна), попиксельных операций – увеличения контрастности, выделения краев, устранения шумов, геометрических преобразований.

Для анализа получаемых изображений разработано программное обеспечение на основе OpenCV. OpenCV – динамично развивающаяся библиотека алгоритмов технического зрения и анализа/обработки изображений. Характеризуется наличием открытого кода, отсутствием жесткой привязки к конкретной платформе PC (работает с операционными системами Microsoft Windows, Windows RT, Linux, Mac OS X, Android, iOS и т.д.). Разрабатывается для большого количества популярных языков программирования и свободно

распространяется для академических целей. Ввиду вышеперечисленного данная библиотека является де-факто общим стандартным интерфейсом компьютерного зрения для приложений в этой области.

Поскольку анализ размола зерна для контроля его качества требует не только лабораторных одномоментных исследований, но и непрерывного мониторинга, на производстве необходимо разрабатывать и использовать промышленные схемы оборудования для проведения фрактографического анализа методами оптической микроскопии. Примерная структурная схема такого оборудования представлена на рисунке 1.6.

Измерительное оборудование разделяется на заборное устройство, периодически формирующее пробу для анализа (размол зерна), после чего производится анализ образца на сканирующем устройстве. Определяются интересующие гранулометрические параметры размола. Полученные данные обрабатываются соответствующими алгоритмами, результат представляет собой прогноз технологических свойств зерна с указанием соответствующих погрешностей определения.

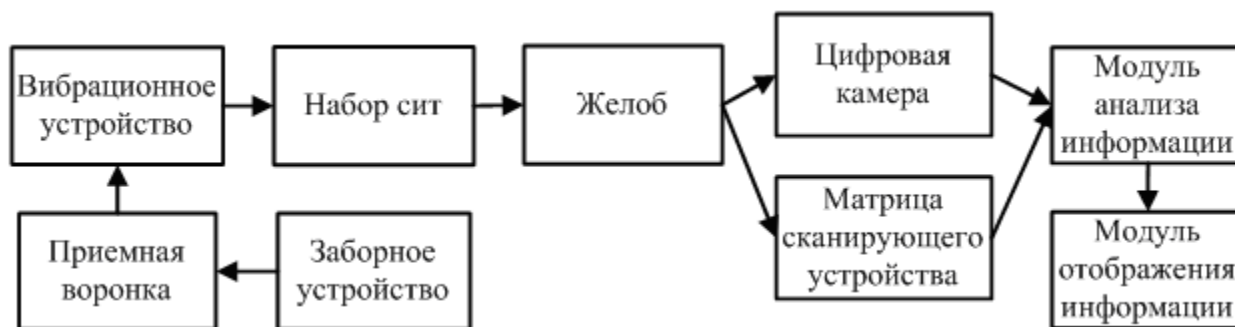


Рисунок 1.6 - Структурная схема измерительного оборудования

Промышленное оборудование предполагает распределение функций хранения, обработки и анализа информации путем организации локальных сетей, баз данных (рисунок 1.7).



Рисунок 1.7 - Функциональная схема измерительного оборудования

Современные технологии цифровой фотосъемки позволяют производить большое число отдельных кадров в секунд (более 30 регистраций в секунду). Таким образом, появляется возможность получить изображение каждой частицы с разных ракурсов, под разными углами зрения, а кроме того косвенно определять скорость потока частиц. За счет постоянного облучения и регистрации изображений в потоке размоленного материала организуется непрерывное поступление данных в модули анализа информации и модуль принятия решений (рисунок 1.8).



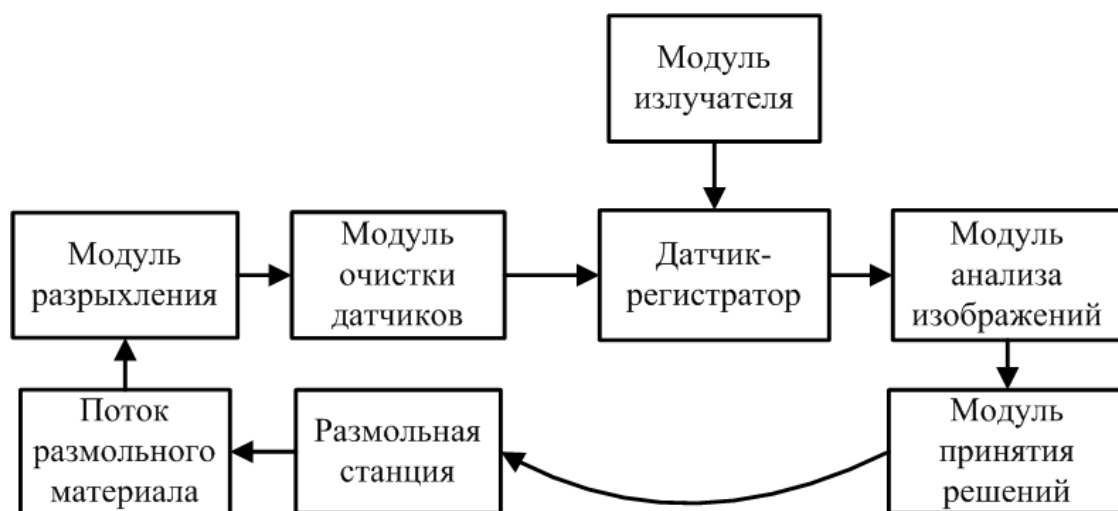


Рисунок 1.8 - Базовый элемент мониторинга процесса помола

Это позволяет производить непрерывный мониторинг помола и вносить корректировки в размольный процесс либо оператором, либо автоматически, по заранее заданному алгоритму. Для более адекватного принятия решения информация о определенных характеристиках частиц накапливается в течение заданного периода времени – производится статистическая обработка данных.

Собранные воедино модули представляют собой базовый элемент мониторинга процесса помола. Несколько таких элементов могут быть установлены в разных контрольных точках размольного процесса, обеспечивая тем самым наибольшую информативность о происходящих процессах.

На первом этапе работы необходимо детектировать отдельные объекты - частицы размола зерна, путем обрисовки их замкнутыми контурами. В результате такого анализа получается массив из двумерных проекций контуров частиц - геометрических фигур, у которых определяются их основные размерные характеристики. В ходе исследований удалось выделить наиболее информативные параметры фигур. Из центров тяжести фигур алгоритмами технического зрения выделяют необходимое количество отрезков во все стороны, после чего вычисляют средние значения длин ( $X$ ) и их вариацию ( $K$ ) для каждой фигуры. При анализе достаточно большого количества фигур частиц эти средние значения  $X$  и  $K$  в

наибольшей степени характеризуют как линейный размер проекции частиц, так и ее форму.

Фрактографическому анализу подверглись образцы муки 70 % выхода лабораторного размола зерна пшеницы. Для осуществления эксперимента пробы зерна (100 г) размалывали на вальцовой мельнице Квадрумат Юниор, используя для просеивания сито с 70 % выходом муки, и выделяли среднюю навеску массой 100 мг. Полученную навеску наносили на предметные стекла или стеклянную панель сканера с помощью набора сит с разным размером отверстий, от наименьшего к наибольшему. Для обеспечения статистической достоверности результатов измерения частиц муки методом оптического микроскопирования произведены измерения нескольких тысяч частиц, сделав соответствующее количество микроснимков.

На этапе производства микроснимков размола зерна наибольший интерес представляет инструментальная (аппаратурная) погрешность измерений. В случае оптической микроскопии инструментальная погрешность может быть установлена на основании оптических характеристик аппаратуры. Основным критерием, влияющим на качество получаемых микрофотографий размола зерна, является разрешающая способность матрицы цифровой камеры или сканера. Использование матриц с достаточно высокой разрешающей способностью позволяет нивелировать инструментальную погрешность при производстве микроснимков размола зерна. Именно разрешающая способность, в основном, определяет насколько детально можно описывать мелкие объекты. В оптике она, чаще всего, измеряется в единицах dpi (количество точек на линейный дюйм). Например, разрешающая способность в 300 dpi означает способность распознать наличие 300 отдельных точек в одном дюйме или 90 000 ( $300 \cdot 300$ ) точек на площади в 1 квадратный дюйм (примерно 6,35 см<sup>2</sup>), а значит все объекты, чьи линейные размеры будут равны или менее 84 мкм ( $25,2 \text{ мм} / 300 = 0,084 \text{ мм} = 84 \text{ мкм}$ ) будут сливаться в одну сплошную точку.

Решение о минимально необходимом разрешении матрицы следует принимать исходя из размеров частиц муки. В пшеничной муке примерно 36 %

частиц имеют размер 17 – 28 мкм, еще 43 % частиц характеризуются размером более 35 мкм, только около 4 % имеют размер менее 14 мкм (проходная фракция сита №004). Содержание частиц менее 4 мкм исчезающе мало (менее 1 %). Отсюда следует, что измерение и описание форм частиц менее 4 мкм статистически мало сказывается на результатах гранулометрического анализа муки, поэтому учетом размеров и характеристиками форм таких частиц можно пренебречь. Легко увидеть, что для анализа частиц более 4 мкм необходимая детализация изображения достигается при разрешении снимающей матрицы более  $25,2 / 4 = 6300 \text{ dpi}$  ( $6 \cdot 10^6 \text{ пк/см}^2$ ). При таком разрешении матрицы частицы размером 4 мкм при визуальном осмотре превращаются в бесформенные точки. Частицы размером в 14 мкм, обладая более чем в 10 раз большей площадью ( $14^2/4^2 = 12,25$ ), приобретают видимую форму и могут быть описаны в терминах гранулометрического анализа.

Современные CIS (Contact Image Sensor) матрицы позволяют делать микроснимки с четкостью до 19200 dpi ( $5,7 \cdot 10^7 \text{ пк/см}^2$ ), то есть обеспечивают 3-х кратный запас (в точку сливаются все частицы размером менее 1,3 мкм), позволяя тем самым их использовать в гранулометрическом анализе размола зерна пшеницы. Экспериментально установлено, что пороговым значением данной характеристики является разрешение 7000 - 8000 dpi, поскольку дальнейшее увеличение разрешения не влияет на качество детектирования частиц более чем на 0,1 %.

В ходе корреляционно-регрессионного анализа выявили взаимосвязи между основными параметрами зернового анализа, физико-химическими свойствами зернопродуктов и данными фрактографического анализа размола зерна. Фрактографический анализ размола зерна проводили для разных типов пшеницы по ее хлебопекарным свойствам: сильной, средней и слабой. Обнаружены связи количества и качества сырой клейковины с данными фрактографического анализа (таблица 1.6).

Для установления минимально необходимого для анализа количества измеренных отрезков, проводимых из центра тяжести частиц, производили оценку точности определения количества и качества клейковины.

Определение проводили по стандартизированной методике и на основе фрактографического анализа, варьируя число отрезков: в первом случае проводили 100 отрезков, во втором – 300 отрезков и в третьем – 1000 отрезков к контуру частицы во все стороны. Для обеспечения статистической достоверности результатов анализу подвергали не менее 5000 частиц муки каждого образца. Исходя из полученных среднестатистических значений  $X$  и  $K$ , с помощью описанных в способе уравнений находили количество  $M_K$  и качество клейковины  $L_K$  образцов муки.

Таблица 1.6 – Связь данных фрактографического анализа с показателями качества зерна ( $X$  и  $K$  – геометрические характеристики частиц размола, подробности в тексте)

Показатель	Тип пшеницы по целевому применению	Уравнение регрессии	Коэффициент корреляции	Коэффициент детерминации	Критерий Фишера	
					табл	расч
Количество клейковины $M_K$ , %	Сильная	$M_K = 0,24 \cdot \hat{E} - 0,30 \cdot \tilde{O} + 41,86$	0,94	0,89	3,2	68,5
	Средняя	$M_K = 0,23 \cdot \hat{E} - 0,31 \cdot \tilde{O} + 40,52$	0,93	0,88	3,2	67,2
	Слабая	$M_K = 0,23 \cdot \hat{E} - 0,33 \cdot \tilde{O} + 45,61$	0,91	0,83	3,2	65,2
Качество клейковины $L_K$ , ед. ИДК	Сильная	$L_K = 1,14 \cdot \hat{E} - 1,51 \cdot \tilde{O} + 139,06$	0,91	0,83	3,2	72,4
	Средняя	$L_K = 1,13 \cdot \hat{E} - 1,50 \cdot \tilde{O} + 138,55$	0,91	0,83	3,2	71,5
	Слабая	$L_K = 1,14 \cdot \hat{E} - 1,52 \cdot \tilde{O} + 139,42$	0,89	0,81	3,2	68,2

Сравнивали результаты определений технологических качеств зерна пшеницы каждого из трех случаев предлагаемого способа и результаты определений по стандартизированной методике. Данные о корреляции результатов оценок количества и качества клейковины зерна пшеницы, полученных по стандартизированной методике в сравнении с предлагаемым способом представлены в таблице 1.7.

Результаты проведенных оценок показали, что наименьшее число отрезков, обеспечивающее максимально возможную точность (согласно коэффициентам корреляции) - не менее 300. Дальнейшее увеличение числа отрезков не приводило к повышению точности определения.

Таблица 1.7 – Определение минимально необходимого для анализа количества измеренных отрезков

Показатель качества зерна пшеницы	Тип пшеницы по целевому применению	Коэффициент корреляции результатов, полученных по стандартизированной методике и на основе фрактографического анализа		
		в первом случае (100 отрезков)	во втором случае (300 отрезков)	в третьем случае (1000 отрезков)
Количество клейковины	Сильная	0,88	0,90	0,90
	Средняя	0,90	0,92	0,90
	Слабая	0,85	0,88	0,89
Качество клейковины	Сильная	0,83	0,85	0,85
	Средняя	0,80	0,81	0,82
	Слабая	0,81	0,83	0,83

Для установления минимально необходимого для анализа количества задействованных частиц размолта зерна производили оценку точности определения количества и качества клейковины по стандартизированной ГОСТ методике и на основе фрактографического анализа.

Аналізу подвергали в первом случае - 500, во втором – 5000, в третьем 50000 частиц размолта зерна. Исходя из полученных среднестатистических значений  $X$  и  $K$ , с помощью описанных в способе уравнений находили количество  $M_K$  и качество клейковины  $L_K$  образцов муки.

Сравнивали результаты определений количества и качества клейковины зерна пшеницы каждого из трех случаев фрактографического анализа и результаты определений по стандартизированной методике. Данные о корреляции результатов представлены в таблице 1.8.

Таблица 1.8 – Определение минимально необходимого для анализа количества задействованных частиц размола зерна

Показатель качества зерна пшеницы	Тип пшеницы по целевому применению	Коэффициент корреляции результатов, полученных по стандартизированной методике и предлагаемым способом		
		в первом случае (500 частиц)	во втором случае (5000 частиц)	в третьем случае (50000 частиц)
Количество клейковины	Сильная	0,87	0,90	0,90
	Средняя	0,88	0,92	0,92
	Слабая	0,87	0,88	0,88
Качество клейковины	Сильная	0,81	0,85	0,85
	Средняя	0,81	0,81	0,81
	Слабая	0,82	0,83	0,83

Результаты проведенных оценок показали, что наименьшее число частиц муки, обеспечивающее максимально возможную точность (согласно коэффициентам корреляции) - не менее 5000. Дальнейшее увеличение числа измеряемых частиц не приводило к повышению точности определения.

Таким образом, необходимую точность оценки количества и качества клейковины зерна позволяют получить измерение не менее 300 отрезков, проводимых из центра тяжести частиц, а также использование информации о не менее 5000 частиц размола зерна.

В анализируемых образцах зерна пшеницы определяли такие показатели качества как: количество и качество сырой клейковины, число падения, влажность,

зольность, кислотность, содержание белка, каротиноидов, способность к потемнению и др.

Для сравнительного анализа определяли корреляционные зависимости технологических качеств зерна с различными показателями гранулометрического анализа (таблица 1.9).

Построены регрессионные уравнения связи показателей технологических качеств с гранулометрическими характеристиками размола зерна. Ранжирование показателей производилось по коэффициенту детерминации, свидетельствующему о степени их взаимосвязи с параметрами частиц размола. Наиболее значимые связи показателей качества зерна обнаружались с эквивалентным размером частиц и коэффициентом их неровности. Наибольшие значения у показателей ВПС, количества и качества сырой клейковины (0,92; 0,89; 0,83 соответственно).

Таблица 1.9 – Корреляционные зависимости показателей технологических свойств зерна пшеницы от данных фрактографического анализа

Показатели	Водопогло- тельная способность	Количество клейковины	Качество клейковины	Число падения	Влажность	Зольность
Средняя площадь частиц S	0,822	0,791	0,755	0,647	0,325	0,251
Средний эквивалентный размер частиц X	0,891	0,829	0,792	0,655	0,342	0,297
Средний коэффициент вытянутости частиц V	0,622	0,596	0,425	0,647	0,257	0,243
Средняя компактность частиц M	0,794	0,815	0,782	0,597	0,145	0,247
Средний коэффициент неровности частиц K	0,850	0,823	0,791	0,671	0,254	0,201

Проведенные исследования позволили вывести эмпирические зависимости данных фрактографического анализа и основных показателей варочных свойств макаронных изделий (таблица 1.10).

Для определения достоверности данных фрактографического анализа и его прогностической способности пользовались референтными методами - анализировали образцы изделий по стандартизированным методикам.

Точность и воспроизводимость определения исследуемых показателей качества оценивались на основе относительной погрешности измерений в сравнении с данными референтных способов (при уровне значимости 0,05).

Таблица 1.10 – Взаимосвязь данных фрактографического анализа с показателями качества макаронных изделий

Показатель	Тип замеса теста	Уравнение регрессии	Коэффициент корреляции	Коэффициент детерминации	Критерий Фишера	
					табл	расч
Коэффициент увеличения массы М	горячий	$M = -0,012 \cdot X + 0,009 \cdot K + 2,305$	0,89	0,79	3,2	45,2
	теплый	$M = -0,012 \cdot X + 0,009 \cdot K + 2,305$	0,89	0,79	3,2	48,2
	холодный	$M = -0,012 \cdot X + 0,009 \cdot K + 2,305$	0,88	0,77	3,2	58,2
Сухие вещества, перешедшие в воду СВ, %	горячий	$CB = -0,067 \cdot X + 0,053 \cdot K + 9,301$	0,82	0,67	3,2	47,4
	теплый	$CB = -0,067 \cdot X + 0,053 \cdot K + 9,301$	0,80	0,64	3,2	54,5
	холодный	$CB = -0,067 \cdot X + 0,053 \cdot K + 9,301$	0,80	0,64	3,2	32,2
Время варки до готовности Т, мин	горячий	$T = -0,135 \cdot X + 0,106 \cdot K + 12,003$	0,32	0,10	3,2	30,4
	теплый	$T = -0,138 \cdot X + 0,124 \cdot K + 11,478$	0,32	0,10	3,2	30,2
	холодный	$T = -0,187 \cdot X + 0,147 \cdot K + 10,148$	0,32	0,10	3,2	28,7
Прочность сухих изделий на срез Р, Н	горячий	$P = -0,061 \cdot X + 0,047 \cdot K + 9,128$	0,71	0,50	3,2	32,4
	теплый	$P = -0,052 \cdot X + 0,057 \cdot K + 10,247$	0,70	0,49	3,2	31,4
	холодный	$P = -0,060 \cdot X + 0,058 \cdot K + 10,487$	0,70	0,49	3,2	34,7



Погрешность составила для: коэффициента увеличения массы изделий – не более 3 %; количества сухих веществ, перешедшие в воду – не более 5 %; времени варки до готовности – не более 20 %; прочности сухих изделий на срез – не более 10 %. Невысокие значения погрешностей свидетельствуют о возможности использования данного метода для прогнозирования варочных свойств макаронных изделий.

Результаты наблюдений свидетельствуют о возможности, анализируя данные формы и размера частиц помола зерна, судить о технологических достоинствах зерна пшеницы. Проведенное комплексное исследование оценки технологических свойств зерна пшеницы, влияющих на качество макаронной продукции, производимой из него. Обнаруженные связи между показателями качества дают возможность проследить их влияние на качество готовой продукции на всех этапах переработки зерна. Внедрение новых способов контроля и прогнозирования макаронных свойств размола зерна позволяют повысить качество и эффективность использования сырьевых ресурсов для производства макаронных изделий.

## 2 Методы обработки результатов экспериментальных исследований

### 2.1 Определение доверительного интервала оценки среднеквадратичного отклонения

При проведении исследований выполняют не менее двух параллельных повторностей опыта. Увеличение их количества снижает погрешность результатов, увеличивая их точность. Результаты анализов вычисляют как среднеарифметическое значение отдельных определений  $y$  по формуле

$$\bar{y} = \frac{y_1 + y_2 + \dots + y_m}{m} = \frac{1}{m} \sum_{k=1}^m y_k, \quad (2.1)$$

где  $y_1, y_2, \dots, y_m$  – отдельные определения.

Рассеяние результатов измерения относительно среднего значения характеризуется дисперсией. Дисперсия – количественная характеристика разброса результатов измерения вокруг истинного значения. Дисперсия единичного результатов измерения  $S^2(y_k)$  определяется по формуле

$$S^2(y_k) = \frac{\sum_{k=1}^m (y_k - \bar{y})^2}{m - 1}, \quad (2.2)$$

Стандартное отклонение или среднеквадратичная ошибка отдельного определения  $S(y_k)$  определяется по формуле

$$S(y_k) = \sqrt{S^2(y_k)} = \sqrt{\frac{\sum_{k=1}^m (y_k - \bar{y})^2}{m - 1}}, \quad (2.3)$$

Относительная квадратичная ошибка, выраженная в процентах от среднего квадратичного отклонения, называется коэффициентом вариации, характеризует воспроизводимость результатов. Коэффициент вариации  $\omega$  определяется по формуле

$$\omega = \frac{S(y_k) \cdot 100}{y} . \quad (2.4)$$

Доверительный интервал оценки среднеквадратичного отклонения зависит от числа степеней свободы ( $f$ ) и табличных коэффициентов ( $Z$ ) и выражается следующим условием:

$$S^2(y_k)Z_1^2 < \sigma^2 < S^2(y_k)Z_2^2 , \quad (2.5)$$

где  $\sigma$  - истинное значение среднего квадратичного отклонения;  
 $Z_1^2$  и  $Z_2^2$  - табличные коэффициенты (приложение А) в зависимости от вида уровня значимости ( $q$ ) и числа степеней свободы ( $f$ ).

Число степеней свободы ( $f$ ) – разность между числом независимых результатов в  $m$  повторностях и числом уравнений, в которых эти результаты используются для расчета неизвестных оценок. Число степеней свободы показывает, на сколько повторностей сделано больше от минимального необходимого для расчета, таким образом, число степеней свободы равно

$$f=m-1 \quad (2.6)$$

Степень надежности или доверительную вероятность ( $P$ ) для большинства расчетов принимают равной 0,95 или более точную равную 0,99 - это означает, что с вероятностью 0,95 или 0,99 (соответственно 95 и 99 %) истинное значение результата лежит в пределах погрешности результатов анализа.

Уровень значимости ( $q$ ) определяется следующей зависимостью

$$q=1-P \quad (2.7)$$

Для рассматриваемых случаев  $q=0,05$  или  $q=0,01$ , то есть 5 % или 1 % значений соответственно не попадает в доверительный интервал.

## 2.2 Определение грубых ошибок («промахов»)

Среди повторностей опыта могут быть результаты, значительно отличающиеся от других результатов этой же серии. Это может быть связано с грубой ошибкой при проведении данной повторности опыта (измерения), либо с неизбежным влиянием случайных величин, что и определяет результат измерения как величину случайную.

Наиболее быстрым методом определения грубой ошибки («промаха») является метод, основанный на оценке максимальных различий полученных результатов. Анализ по этому методу проводится в следующей последовательности:

1) расположить результаты  $U_k$  в упорядоченный ряд в котором минимальному результату присваивается номер первый ( $y_1$ ), а максимальному – наибольший ( $y_m$ );

2) если «подозреваемый» результат будет  $U_m$ , то рассчитывается отношение

$$\alpha = \frac{y_m - y_{(m-1)}}{y_m - y_1}, \quad (2.8)$$

если «подозреваемый» результат будет  $U_1$ , тогда рассчитывается отношение

$$\alpha = \frac{y_2 - y_1}{y_m - y_1} \quad (2.9)$$

3) при заданном уровне значимости ( $q$ ) и известном числе повторностей ( $m$ ) по приложению Б находят табличное значение  $\alpha_T$ ;

4) если  $\alpha > \alpha_T$ , то «подозреваемый» результат является промахом и его следует исключить.

### 2.3 Определение доверительного интервала оценки измеряемой величины

После того как остались достоверные результаты можно рассчитать доверительную ошибку  $\varepsilon$  и доверительный интервал для единичной  $y_k$  или средней  $\bar{y}$  оценки изменения величины. Истинное значение измеряемой величины с заданной доверительной вероятностью должно лежать в пределах доверительного интервала

$$y_k - \varepsilon(y_k) < y < y_k + \varepsilon(y_k); \quad (2.10)$$

$$\bar{y} - \varepsilon(\bar{y}) < y < \bar{y} + \varepsilon(\bar{y}). \quad (2.11)$$

Для определения доверительно интервала единичного  $y_k$  и среднего  $\bar{y}$  результатов используется критерий Стьюдента  $t(P;f)$

$$\varepsilon(y_k) = t(P;f) \cdot S(y_k); \quad (2.12)$$

$$\varepsilon(\bar{y}) = t(P;f) \cdot S(\bar{y}). \quad (2.13)$$

При этом дисперсия среднего результата  $S(\bar{y})$  в  $m$  раз меньше дисперсии единичного результата  $S(y_k)$  и определяется по формуле

$$S^2(\bar{y}) = \frac{S^2(y_k)}{m} \quad (2.14)$$

Критерий Стьюдента  $t(P;f)$  зависит от принятого уровня значимости и числа степеней свободы и берется из приложения В.

## 2.4 Анализ однородности средних

В исследовательской практике может возникнуть необходимость сравнения эффективности технологических процессов, различающихся какими-то условиями (температура, кислотность среды и т.д.), либо аппаратурным оформлением процесса.

Для обеспечения возможности такого сравнения проводят две серии опытов при оптимальных для каждого из испытываемых технологических процессов условиях и по полученным результатам рассчитывают средние выходы  $\bar{y}_I$  и  $\bar{y}_{II}$  по формулам

$$\bar{y}_I = \frac{1}{m_I} \sum_{k=1}^{m_I} y_{kI} ; \quad (2.15)$$

$$\bar{y}_{II} = \frac{1}{m_{II}} \sum_{k=1}^{m_{II}} y_{kII} , \quad (2.16)$$

где  $m_I$  и  $m_{II}$  – число повторностей в каждой из двух серий опытов.

Эти средние выходы отличаются друг от друга на величину  $\Delta\bar{y}$

$$\Delta\bar{y} = \bar{y}_I - \bar{y}_{II} \quad (2.17)$$

Если эта разность будет больше доверительной ошибки разности средних,

$$\Delta\bar{y} > \varepsilon (\bar{y}_I - \bar{y}_{II}) = t(P; f) \cdot S(\bar{y}_I - \bar{y}_{II}), \quad (2.18)$$

то с вероятностью  $P$  можно говорить о большей эффективности одного из процессов.

$$S^2(\bar{y}_I - \bar{y}_{II}) = S^2(\bar{y}_I) + S^2(\bar{y}_{II}) = \frac{S^2(y_{kI})}{m_I} + \frac{S^2(y_{kII})}{m_{II}} \quad (2.19)$$

Дисперсии  $S^2(y_{kI})$  и  $S^2(y_{kII})$  должны быть однородны, только при этих условиях можно, сравнивая лишь средние  $\bar{y}_I$  и  $\bar{y}_{II}$ , говорить о большей эффективности того или иного процесса. Определение «однородные» в данном случае означает «являющиеся оценкой одного и того же параметра».

Однородность дисперсий можно проверить по критерию Фишера  $F_T$ . Для этого из имеющихся оценок дисперсии выбирают две: максимальную  $[S^2(y_{uk})_{\max}]$  и минимальную  $[S^2(y_{uk})_{\min}]$  и вычисляют их отношение  $F$ . Если вычисленное значение  $F$  меньше  $F_T$

$$F = \frac{[S^2(y_{uk})_{\max}]}{[S^2(y_{uk})_{\min}]} < F_T(P; f_1; f_2), \quad (2.20)$$

то все оценки дисперсий будут однородны.

Значения критерия Фишера  $F_T$  дано в приложении Г в зависимости от принятого уровня значимости  $q$  и числа степеней свободы  $f_1$  и  $f_2$  соответственно при расчете дисперсий  $[S^2(y_{uk})_{\max}]$  и  $[S^2(y_{uk})_{\min}]$ .

По однородным оценкам дисперсий  $S^2(y_{kI})$  и  $S^2(y_{kII})$  рассчитывают средневзвешенную оценку дисперсии  $S^2(y_k)$

$$S^2(y_k) = \frac{\sum_{u=1}^N S^2(y_{ku}) \cdot f_u}{\sum_{u=1}^N f_u} = \frac{S^2(y_{kI}) \cdot (m_I - 1) + S^2(y_{kII}) \cdot (m_{II} - 1)}{(m_I - 1) + (m_{II} - 1)}. \quad (2.21)$$

Эта оценка  $S^2(y_k)$  является более точной, чем оценки  $S^2(y_{kI})$  и  $S^2(y_{kII})$ , так как число степеней свободы  $f$  для этой оценки равно

$$f = f_1 + f_2 = m_1 + m_2 - 2. \quad (2.22)$$

Перепишав соотношение (2.5), заменив  $S^2(y_{kI})$  и  $S^2(y_{kII})$  на оценку  $S^2(y_k)$  получим

$$S^2(\bar{y}_I - \bar{y}_{II}) = S^2(y_k) \cdot \left( \frac{1}{m_I} + \frac{1}{m_{II}} \right) = S^2(y_k) \frac{m_I + m_{II}}{m_I \cdot m_{II}}, \quad (2.23)$$

тогда

$$\varepsilon(\bar{y}_I - \bar{y}_{II}) = t(P; f) \cdot S(y_k) \sqrt{\frac{m_I + m_{II}}{m_I \cdot m_{II}}}. \quad (2.24)$$

Если  $|\bar{y}_I - \bar{y}_{II}| > \varepsilon |\bar{y}_I - \bar{y}_{II}|$ , то средние неоднородны.

Процедура анализа однородности средних может сводиться к определению опытного значения критерия Стьюдента  $t_{оп}$  по формуле

$$t_{оп} = \frac{|\bar{y}_I - \bar{y}_{II}|}{S(y_k)} \sqrt{\frac{m_I \cdot m_{II}}{m_I + m_{II}}} \quad (2.25)$$



и сравнению его с табличным значением (по приложению В).

Если  $t_{\text{оп}} > t(P;f)$ , то средние неоднородны.

## 2.5 Определение необходимого числа повторностей опыта

Для получения оценки истинного значения, измеряемого параметра с заданным доверительным интервалом

$$\bar{y} - \varepsilon(\bar{y}) < y < \bar{y} + \varepsilon(\bar{y}) \quad (2.26)$$

необходимо проводить опыт с определенным числом повторностей.

Обычно бывает достаточным принять  $\varepsilon(\bar{y})=(0,05...0,1)$  и доверительную вероятность  $P=0,95$ , реже  $P=0,99$ .

Для решения данной задачи можно воспользоваться различными методами в зависимости от того, имеет ли исследователь в своем распоряжении истинное значение среднеквадратичного отклонения  $\sigma$ , его экспериментальную оценку  $S^2(y_k)$  или эту оценку еще предстоит получить, проведя соответствующие эксперименты.

### Вариант решения I

Если в распоряжении исследователя имеется истинное значение среднеквадратичного отклонения  $\sigma$ , то

$$\varepsilon(\bar{y}) = t(P) \frac{\sigma}{\sqrt{m}}, \quad (2.27)$$

где  $t(P)$  – параметр, определяемый из таблицы (приложение Д) в зависимости от принятой доверительной вероятности  $P$  и функции ошибок  $\Phi(t)$ .

Функция ошибок связана с доверительной вероятностью следующим образом

$$P=2\Phi(t)-1 \quad (2.28)$$

Тогда число повторностей определяется по формуле

$$m = \frac{t^2(P) \cdot \sigma^2}{\varepsilon^2(\bar{y})} \quad (2.29)$$

Примечание - Определение числа необходимых повторностей по варианту I можно осуществлять в следующей последовательности:

- 1) определяется величина доверительной ошибки ( $\varepsilon(\bar{y})=0,05$ );
- 2) рассчитывается  $\Phi(t)$  по формуле (2.27);
- 3) по приложению Г находится  $t(P)$ ;
- 4) по формуле (2.28) определяется число необходимых повторностей.

## Вариант решения II

Если исследователь может изменять число повторностей, то при определении необходимого числа повторностей для получения заданной доверительной вероятности ( $P$ ) ошибки среднего результата  $\varepsilon(\bar{y})$ , расчеты ведут следующим образом:

- 1) для выбранного числа повторностей  $m_1$  рассчитывают экспериментально оценку среднеквадратичного отклонения  $S^2(\bar{y}_1)$  по формулам (1.2) и (3.5);
- 2) рассчитывают критерий Стьюдента  $t(P_1; f_1)$  для заданной доверительной ошибки  $\varepsilon(\bar{y}_1)$  по формуле

$$t(P_1; f_1) = \frac{\varepsilon(\bar{y})}{S(\bar{y})} \quad (2.30)$$

3) зная  $f_1=m_1-1$  и критерий Стьюдента  $t(P_1;f_1)$  по графику (рисунок 2.1) определяют доверительную вероятность  $P_1$ ;

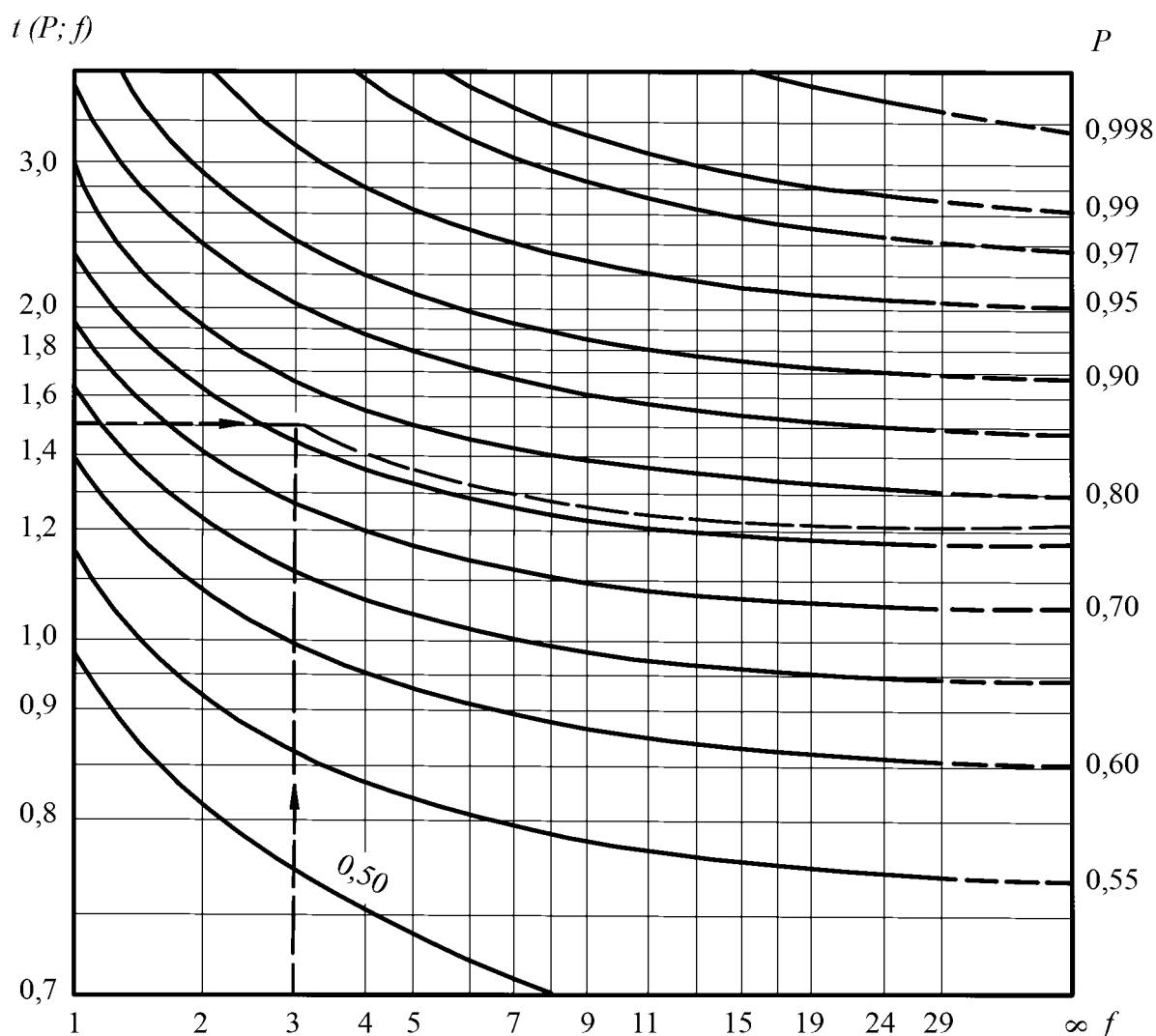


Рисунок 2.1 – Зависимость критерия Стьюдента  $t(P;f)$  от доверительной вероятности  $P$  и числа степеней свободы  $f$

4) если  $P_1$  меньше той, которая требуется, то число повторностей увеличивают и снова производят соответствующие подсчеты. Увеличение числа повторностей прекращают, как только будет достигнута заданная величина  $P$ .

Примечание - Для удобства расчеты можно представить в виде таблицы 2.1

Таблица 2.1 – Результаты расчетов

Этап расчета u	k	$\bar{y}_u$	$S^2(y_k)$	$S^2(\bar{y}_u)$	$S(\bar{y}_u)$	$\varepsilon(\bar{y}_u)$	$t(P_u; f_u)$	$P_u$
1	1		-	-	-	-	-	-
	2		-	-	-	-	-	-
	3							
2	4							
3	...							
...	...							

### Вариант решения III

Если в распоряжении исследователя имеется ограниченное число повторностей, то необходимое число повторностей для получения заданной доверительной ошибки среднего результата  $\varepsilon(\bar{y})$  при  $P_0$  приближенно можно определить следующим образом:

- 1) по полученным результатам, число которых  $m_0$  рассчитывают  $S^2(y_k)$  по формуле (1.2);
- 2) по графику (рисунок 5.1) находят критерий Стьюдента  $t(P_0; f_0)$ ;
- 3) для заданной доверительной ошибки определяют примерное число повторностей (завышенное) по формуле

$$m = \frac{t^2(P_0; f_0) S^2(y_{k_0})}{\varepsilon^2(\bar{y})} \quad (2.31)$$

- 4) для уточнения числа повторностей рассчитывают  $f=m-1$ , по графику (рисунок 2.1) находят  $t(P_0; f)$  и рассчитывают уточненное число повторностей  $m_1$  по формуле

$$m = \frac{t^2(P_0; f) S^2(y_{k0})}{\varepsilon^2(y)} . \quad (2.32)$$

## 2.6 Ранжирование факторов по степени их влияния на исследуемый процесс

Любой технологический процесс зависит от большого числа факторов. Естественно желание исследователя сосредоточить свое внимание на самых активных факторах, которые в основном и определяют эффективность исследуемого процесса. Эту задачу можно решить, обрабатывая полученные результаты методом дисперсионного анализа.

Если в распоряжении исследователя находятся результаты эксперимента, состоящего из опытов, в которых одновременно менялись значения нескольких факторов, то схема дисперсионного анализа с целью выявления степени активности каждого фактора будет состоять из нескольких этапов:

1) для каждого  $u$ -того опыта рассчитывают среднее значение выхода  $\bar{y}_u$

$$\bar{y}_u = \frac{\sum_{k=1}^{m_u} y_{uk}}{m_u} , \quad (2.33)$$

2) рассчитывают средневзвешенное значение выхода в опытах с неизменным  $j$ -м значением (уровнем) какого-либо  $i$ -го фактора  $\bar{y}_{ij}$

$$\bar{y}_{ij} = \frac{\sum_{i=1}^{N_j} \bar{y}_{u(ij)} \cdot m_u}{\sum_{u=1}^{N_j} m_u} , \quad (2.34)$$

где  $j=1 \dots l$  ( $l$ - число уровней фактора);

$N_{ij}$  - число опытов, в которых  $i$ -й фактор находился на  $j$ -м уровне;

$\bar{y}_{u(ij)}$  – средние результаты этих опытов.

3) рассчитывают средневзвешенное значение выхода процесса во всех опытах эксперимента

$$\bar{y} = \frac{\sum_{u=1}^N \bar{y}_u \cdot m_u}{\sum_{u=1}^N m_u}, \quad (2.35)$$

4) рассчитывают средневзвешенное значение дисперсии единичного результата

$$S^2(y_k) = \frac{\sum_{u=1}^N S^2(y_{uk}) \cdot f_u}{\sum_{u=1}^N f_u}, \quad (2.36)$$

$$\text{где } S^2(y_{uk}) = \frac{\sum_{k=1}^{m_u} (y_{uk} - \bar{y}_u)^2}{m_u - 1}; \quad (2.37)$$

$$f_u = m_u - 1, \quad (2.38)$$

5) рассчитывают оценку дисперсии, обусловленной влиянием  $i$ -го фактора на единичны результат процесса

$$S^2(y_{ik}) = \frac{\sum_{j=1}^l (\bar{y}_{ij} - \bar{y})^2 \cdot N_{ij}}{\sum_{j=1}^l N_{ij} - 1}, \quad (2.39)$$

где  $\sum_{j=1}^l N_{ij} = N$  - общее число опытов эксперимента.

Число степеней свободы этой оценки

$$f = \sum_{j=1}^l N_{ij} - 1 = N - 1, \quad (2.40)$$

б) рассчитывают F-отношение для i-го фактора

$$F = \frac{S^2(y_{ik})}{S^2(y_k)}. \quad (2.41)$$

7) Находят  $F_{Ti}(P; f_{1i}; f_{2i})$  по приложению Г. Так как число повторностей в общем случае не будет постоянным для всех опытов эксперимента, то значение критерия Фишера для каждого фактора будет различным.

Если  $F_i > F_{Ti}$ , то данный фактор значимого влияния на процесс не оказывает. То же самое можно сказать, если  $F_i < 1$ ;

8) учитывая степень различия  $F_i$  и  $F_{Ti}$ , располагают данные факторы в ранжированный ряд по их способности влиять на исследуемый процесс.

## 3 Методы исследования свойств сырья и продуктов питания

### 3.1 Органолептическая оценка продуктов питания

Одними из важнейших свойств пищевых продуктов являются их органолептические показатели, такие как внешний вид, цвет, запах, консистенция, вкус и т. п. Эти важнейшие, предусмотренные стандартами показатели качества устанавливаются органолептически, то есть при помощи органов чувств человека: вкуса, обоняния, зрения, осязания, а в некоторых случаях даже слуха.

Для оценки органолептических показателей формируют группу экспертов.

Экспертная оценка может проводиться различными методами: непосредственным измерением, ранжированием, сопоставлением.

При *непосредственных измерениях* значения физических величин или показателей качества определяют сразу в установленных единицах.

Метод *ранжирования* состоит в расстановке объектов измерения или показателей в порядке их предпочтения по важности или весомости. Место, занятое при такой расстановке, называется рангом. Чем выше ранг, тем предпочтительнее объект, весомее, важнее показатель. Если же ранжирование проводится с целью определения весовых коэффициентов для отдельных объектов или показателей, то они рассчитываются как отношение суммы рангов установленных экспертами для данного объекта или показателя к общей сумме рангов всех объектов или показателей.

*Сопоставление* бывает последовательным и попарным.

При последовательном сопоставлении объекты экспертизы располагают в порядке их предпочтения (ранжирование). Наиболее важному объекту приписывается 1 балл или весовой коэффициент равный одному; всем остальным в порядке уменьшения их относительной значимости – баллы или весовые коэффициенты от единицы до нуля. Сопоставляется первый объект с совокупностью всех остальных. Если по мнению эксперта он предпочтительней, чем совокупность



всех остальных вместе взятых, то результат его измерения в баллах или весовой коэффициент корректируется в сторону увеличения с таким расчетом, чтобы он стал больше суммы баллов или весовых коэффициентов всех остальных объектов экспертизы. В противном случае результат измерения или весовой коэффициент первого объекта корректируется в сторону уменьшения, так чтобы он оказался меньше суммы баллов или весовых коэффициентов остальных объектов. Сопоставляется второй объект с совокупностью всех остальных стоящих ниже рангом. Корректируется результат его измерения или значение весового коэффициента. Такая процедура сопоставлений и корректировок продолжается вплоть до последнего объекта. Полученный результат измерений или весовые коэффициенты нормируют, т. е. делят на общую сумму баллов или весовых коэффициентов. После этого они принимают значения от нуля до единицы, а их сумма становится равной единице.

Метод попарного сопоставления считается наиболее оправданным с психологической точки зрения. При попарном сопоставлении оцениваемые объекты сравниваются между собой попарно и для каждой пары результат сравнения выражается в форме «больше-меньше» или «хуже-лучше». Затем по результатам попарного сопоставления производится ранжирование. Например, результат дегустации четырех пищевых продуктов одним экспертом представлен в таблице 3.1, где предпочтение  $i$ -того продукта над  $j$ -тым соответствует единице, а  $j$ -того над  $i$ -тым – нулю. Ранжированный ряд объектов экспертизы будет иметь вид: 3; 1; 2; 4.

При подборе экспертов уделяют внимание согласованности их мнений. Меру согласованности мнений экспертов можно оценить с помощью коэффициента конкордации  $W$ , который рассчитывается по формуле

$$W = \frac{12 \cdot S}{n^2 \cdot (m^3 - m)}, \quad (3.1)$$

где  $S$  – сумма квадратов отклонений суммы рангов каждого объекта экспертизы от среднего арифметического рангов;

n – количество экспертов;

m – количество объектов экспертизы.

Таблица 3.1 – Результат дегустации четырех объектов

j	1	2	3	4	Итого
i					
1	x	1	0	1	2
2	0	x	0	1	1
3	1	1	x	1	3
4	0	0	0	x	0

В зависимости от степени согласованности мнений экспертов коэффициент конкордации может принимать значения от нуля (при отсутствии согласованности) до единицы (при полном единодушии). Например, требуется определить степень согласованности пяти экспертов, результаты ранжирования которыми семи объектов приведены в таблице 3.2.

Таблица 3.2 – Результаты ранжирования объектов экспертизы

Номер объекта экспертизы	Оценка экспертов				
	1-го	2-го	3-го	4-го	5-го
1	4	6	4	4	3
2	3	3	2	3	4
3	2	2	1	2	2
4	6	5	6	5	6
5	1	1	3	1	1
6	5	4	5	6	5
7	7	7	7	7	7

Расчет степени согласованности мнений экспертов сводим в таблицу 3.3.

Таблица 3.3 – Расчет степени согласованности мнений пяти экспертов

Номер объекта экспертизы	Оценка экспертов					Сумма рангов	Отклонение от среднего арифметического	Квадрат отклоне- ния от среднего арифметического
	1	2	3	4	5			
1	4	6	4	4	3	21	1	1
2	3	3	2	3	4	15	-5	25
3	2	2	1	2	2	9	-11	121
4	6	5	6	5	6	28	8	64
5	1	1	3	1	1	7	-13	169
6	5	4	5	6	5	25	5	25
7	7	7	7	7	7	35	15	225
Общая сумма рангов						140	Сумма квадратов отклонения от среднего арифметического	630
Среднее арифметическое рангов						140/7=20		

Коэффициент конкордации для приведенного примера составит

$$W = \frac{12 \cdot 630}{5^2 \cdot (7^3 - 7)} = 0,9.$$

Если степень согласованности мнений экспертов оказывается неудовлетворительной ( $W < 0,7$ ), принимаются специальные меры для ее повышения. Проводится обучение экспертов, заключающееся в проведении тренировок с обсуждением результатов и разбором ошибок.

При экспертной оценке органолептических показателей качества пищевых продуктов большое значение имеет организация данного процесса. Так, например, посуда, используемая при органолептической экспертизе, должна быть однородной по форме и цвету, изготовлена из стекла, фарфора или нержавеющей стали

(деревянную, алюминиевую и пластмассовую посуду, ложки и шпатели не применяют, так как они сохраняют запахи и могут подвергаться воздействию проб).

Большое значение имеет очередность оценки отдельных органолептических показателей качества. Сначала оценивают показатели на основе органов зрения, затем обоняния и осязания и в заключение - свойства, определяемые в полости рта (вкус, крошливость, степень измельчения, однородность).

При разработке балловой шкалы органолептической оценки пищевых продуктов проводят следующие этапы.

1-й этап. Выбор номенклатуры единичных показателей, характеризующих органолептические свойства конкретного изделия или группы изделий.

2-й этап. Составление таблицы, содержащей словесную характеристику каждого единичного показателя по всем балловым уровням шкалы.

3-й этап. Установление коэффициентов весомости показателей. Прежде всего, следует выделить основные показатели, наиболее полно отражающие назначение анализируемого изделия для удовлетворения потребительского спроса.

4-й этап. Обсуждение элементов балловой шкалы. На этом этапе решается вопрос об исключении единичных показателей качества из общей номенклатуры, корректируется таблица градаций по качественным уровням и коэффициентам весомости.

5-й этап. Опробование балловой шкалы и обработка результатов.

### 3.2 Определение плотности жидких материалов

Плотность жидкости является одной из основных физических величин (параметров), характеризующих ее свойства, а в ряде случаев и состав. Измерение плотности играет существенную роль как при проведении исследовательских работ, так и при осуществлении контроля за ходом технологических процессов и их автоматизации практически во всех отраслях пищевой промышленности, особенно в сахарной, кондитерской, спиртовой, винодельческой, пивобезалкогольной и др. При этом осуществляется измерение плотности самых разнообразных жидких продуктов гомогенных и гетерогенных, агрессивных и нейтральных, чистых и включающих различные взвешенные частицы, кристаллы, пузырьки газов.

Весьма существенна роль измерения плотности при организации системы учета продуктов по массе при их приемке, хранении и отпуске, когда масса вещества не может быть измерена непосредственным взвешиванием и определяется по результатам измерения объема и плотности.

Плотностью называется масса вещества, заключенная в единице объема, т.е.

$$\rho = \frac{m}{V}, \quad (3.2)$$

где  $\rho$  - плотность однородного вещества или средняя плотность неоднородного вещества, кг/м<sup>3</sup> ;

$m$  - масса вещества, кг;

$V$  – объем вещества, м<sup>3</sup>.

Если в процессе измерений меняется температура жидкости, то результаты измерений приводятся к нормальной температуре по формуле

$$\rho_{t_0} = \frac{\rho_t}{1 + \beta \cdot (t - t_0)}, \quad (3.3)$$

где  $\rho_t$  и  $\rho_{t_0}$  - плотности соответственно при фактической температуре  $t$  во время определения и температуре  $t_0 = 20^\circ\text{C}$ ,  $\text{кг/м}^3$ ;

$\beta$ - температурной коэффициент объемного расширения.

Известно множество приборов для определения плотности жидкостей, основанных на различных принципах измерений, охватывающих широкий диапазон и обеспечивающих высокую точность измерения. По принципу действия плотномеры, применяемые для контроля различных жидкостей подразделяются на механические, радиоизотопные и акустические. Известны также приборы, основанные на использовании оптических, тепловых, гидродинамических свойств жидкостей, однако они не получили широкого распространения в пищевой промышленности.

К простейшим приборам, применяемым для измерения плотности, наиболее часто применяемым в лабораторной практике относятся ареометры и пикнометры. Для более точного определения плотности жидкость зачастую подвергают предварительному воздействию (вакуумированию, центрифугированию и т.д.) с целью удаления из нее воздушных включений. Одним из оптических приборов, с помощью которого можно определять плотность косвенным методом является рефрактометр.

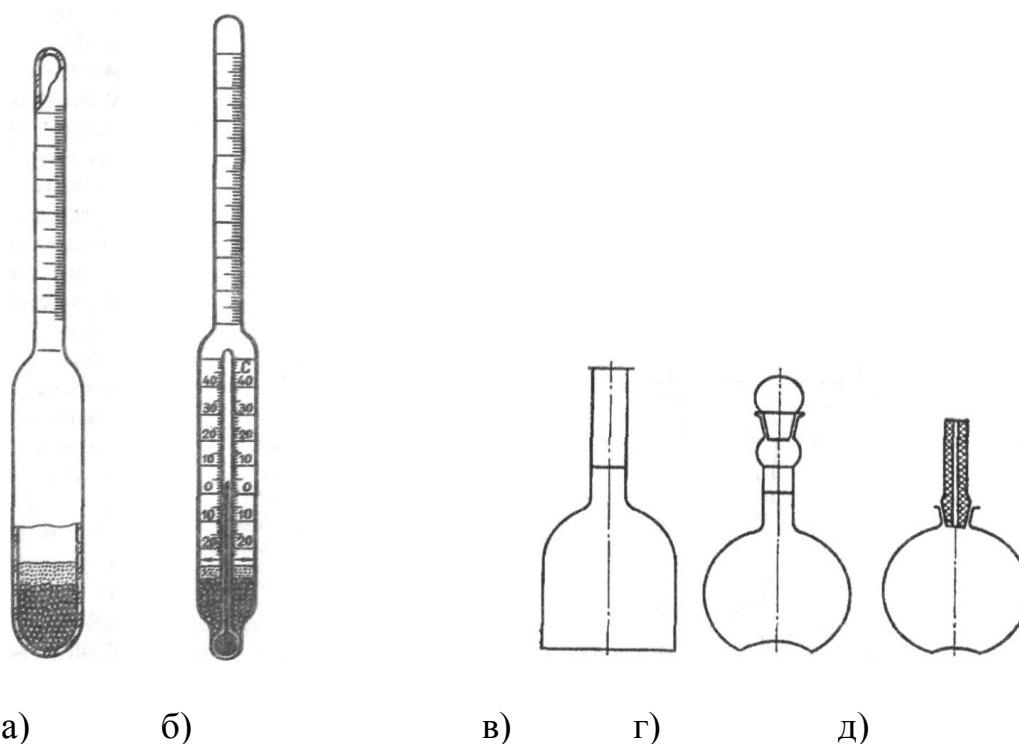
Наиболее часто для лабораторного определения плотности жидкости применяется два метода: ареометрический и пикнометрический.

Ареометр – прибор для измерения плотности, представляет собой полый запаянный цилиндрический сосуд с узкой трубкой сверху, снабженной градуированной шкалой. На дне ареометра находится балласт (дробь), масса которого рассчитана для измерения плотности в заданном диапазоне. Выпускаются также ареометры, со встроенными термометрами для контроля температуры анализируемого вещества (рисунок 3.1).

При измерении плотности жидкости ее наливают в цилиндр, внутренний диаметр которого больше диаметра корпуса ареометра не менее чем в двое, а высота несколько превышает длину ареометра. Уровень жидкости должен быть на

несколько сантиметров ниже верхнего края цилиндра. Жидкость тщательно перемешивают. Чистый сухой ареометр погружают осторожно в жидкость, держа за верхний конец. Ареометр отпускают когда станет ясно, что он плавает в жидкости. При определении ареометр не должен касаться стенок и дна цилиндра. Через промежуток времени от 2 до 3 мин, когда ареометр придет в равновесное состояние и его температура уравнивается с температурой анализируемой жидкости, снимают показания плотности по шкале ареометра.

Пикнометр – специальная колба точно известной вместимости, которая служит для определения плотности веществ. Существует много разновидностей пикнометров, отличающихся формой, объемом, закрываемые притертой пробкой или пробкой с капилляром (рисунок 3.1).



а) ареометр, б) ареометр со встроенным термометром, в) пикнометр с длинной шейкой, г) пикнометр с притертой пробкой, д) пикнометр с капилляром.

Рисунок 3.1 – Ареометры и пикнометры

При определении плотности пикнометрическим методом следует особое внимание уделять чистоте пикнометров. Перед определением чистый пикнометр помещают на 15 мин рядом с аналитическими весами, затем взвешивают 5 раз с точностью до четвертого десятичного знака и подсчитывают среднее арифметическое значение массы пустого пикнометра. Пикнометр заполняют исследуемой жидкостью до метки, терperiруют при температуре 20 °С не менее 30 мин, устанавливают уровень жидкости точно по метке (с помощью свернутой в трубочку фильтровальной бумаги) и взвешивают. Плотность анализируемого вещества находят как отношение массы вещества к занимаемому им объему.

### **3.3 Определение массовой доли минеральных веществ**

По количеству золы судят о содержании минеральных элементов в исследуемом объекте. При прокаливании органические вещества превращаются в летучие соединения, а минеральные - остаются в виде золы. Естественные минеральные вещества по количественному содержанию подразделяют на три группы: макроэлементы (калий, кальций, магний, натрий, фосфор, железо и др.), содержание которых превышает 1 мг на 100 г продукта, микроэлементы (медь, цинк, иод, фтор, марганец, алюминий и др.), содержание которых менее 1 мг на 100 г продукта, ультрамикроэлементы (золото, ртуть и др.), количество которых в продукте исчисляется тысячными долями миллиграмма на 100 г продукта.

Некоторые минеральные вещества могут улетучиться при озолении вместе с продуктами разложения органических веществ, другие меняют при озолении свой состав и переходят из одних соединений в другие. Следовательно, состав золы косвенно характеризует минеральный состав исследуемых продуктов.

В объектах пищевого производства, кроме естественных минеральных веществ, присутствуют вещества, которые попадают в продукт в процессе производства и транспортировки из окружающей среды (железо, песок, глина и др.). Поэтому по



количеству минеральных элементов можно косвенно судить о нарушении технологического процесса или санитарного режима производства готовых изделий или сырья и полуфабрикатов, используемых для их изготовления.

Как правило, определяют два вида золы: общее ее содержание и содержание золы, нерастворимой в 10 %-ной соляной кислоте.

### ***Определение общего содержания золы***

Общее количество золы - остаток минеральных веществ, образующихся после сжигания всех органических веществ в объекте исследования. В общую золу входят все минеральные вещества объекта исследования.

Навеску объекта исследований массой 5 г берут с точностью  $\pm 0,01$  г в предварительно прокаленный, охлажденный и взвешенный тигель. Объекты исследования с большим количеством влаги предварительно подсушивают в сушильном шкафу при температуре 90-100 °С.

Тигель с навеской помещают в фарфоровый треугольник и осторожно нагревают над пламенем газовой горелки до полного обугливания и видимого прекращения выделения продуктов сгорания. При этом тигель должен «висеть» в фарфоровом треугольнике, выступая над ним не более чем на 1/3 высоты тигля. Подогревать тигель следует медленно и осторожно, чтобы температура в нем повышалась постепенно. Вместо газовой горелки можно использовать электроплитку.

После полного обугливания тигель с навеской переносят в муфельную печь, нагретую до темно-красного каления, и сжигают до полного озоления. При этом зола становится белой или слегка серой, а черные частицы угля должны полностью исчезнуть. Полное озоление можно проводить также и на газовой горелке, осторожно прокаливая тигель до полного исчезновения частиц угля (до «белой золы»). Если в исследуемый объект входит значительное количество железа, то возможен красноватый или буроватый оттенок зольного остатка.

Тигель с прокаленным остатком охлаждают в эксикаторе, крышку которого во избежание в нем вакуума закрывают не сразу. После охлаждения тигель с золой взвешивают.

Массовая доля золы  $X$ , % рассчитывается по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_0) \cdot 100}{m}, \quad (3.4)$$

где  $m_1$  – масса тигля с остатком золы, г;

$m_0$  – масса тигля, г;

$m$  – масса навески исследуемого объекта, г.

### ***Определение массовой доли золы, нерастворимой в 10 %-ной соляной кислоте***

Нерастворимая зола - это часть общего количества золы, оставшаяся нерастворимой после обработки ее 10%-ной соляной кислотой. При обработке остатка после сжигания органических веществ раствором 10%-ной соляной кислоты в раствор переходят почти все составные части золы. Нерастворенным в соляной кислоте остается в основном только диоксид кремния  $\text{SiO}_2$ . По результатам анализа можно сделать заключение о количестве песка и других посторонних веществ, попавших в объект исследования при производстве, транспортировке или с недостаточно хорошо очищенным сырьем.

Массовая доля золы, нерастворимой в 10%-ной соляной кислоте, является важнейшим физико-химическим показателем качества пищевых продуктов и регламентируется в нормативной документации.

Техника проведения анализа заключается в следующем: взятие навески, ее подготовка к прокаливанию и охлаждение тигля с золой проводят так же, как при определении общего содержания золы. В охлажденный тигель с общей золой вносят мерным цилиндром  $30 \text{ см}^3$  10 %-ной соляной кислоты и нагревают на водяной бане в течение 30 мин. Затем содержимое тигля фильтруют через беззольный фильтр. Тигель тщательно ополаскивают дистиллированной водой. Осадок на фильтре промывают горячей дистиллированной водой до тех пор, пока фильтр не перестанет давать положительную реакцию на ион хлора.

К нескольким каплям фильтрата на часовом стекле прибавляют 1 каплю концентрированной азотной кислоты и 1 каплю 2 %-го раствора нитрата серебра. Отсутствие муты от выпадающего хлорида серебра указывает на отсутствие иона хлора.

Осадок на фильтре с воронкой слегка подсушивают в сушильном шкафу. Немного влажный фильтр с осадком, осторожно взяв его за внешнюю сторону, переносят в прокаленный и взвешенный тигель. Фильтр с осадком сжигают до полного озоления, затем прокаливают, охлаждают и взвешивают, как указано выше при определении общего содержания золы. Массовую долю золы, нерастворимой в 10%-ной соляной кислоте, вычисляют по формуле (3.4).

## Список использованных источников

1. Лабораторный практикум по общей технологии пищевых производств: учеб. для вузов / под ред. Л. П. Ковальской. - М.: Агропромиздат, 1991. - 335 с.: ил. - (Учебники и учебные пособия для вузов)
2. Лурье, И. С. Технохимический и микробиологический контроль в кондитерском производстве: справочник / И. С. Лурье, Л. Е. Скокан, А. П. Цитович. - М. : КолосС, 2003. - 416 с. : ил. - ISBN 5-9532-0034-X.
3. Касперович, В. Л. Определение качества пищевых продуктов методом экспертных оценок: метод. указания для лаб. работ УИРС, НИРС, для студентов спец. 27.01, 27.03, 17.06, 27.05 / В. Л. Касперович, В. П. Попов, Г. Б. Зинюхин. - Оренбург: ОГУ, 1996. - 38 с.
4. Журавская, Н. К. Технохимический контроль производства мяса и мясопродуктов: учебник для сред. спец. заведений / Н. К. Журавская, Б. Е. Гутник, Н. А. Журавская. - М. : Колос, 2001. - 176 с. : ил. - (Учебники и учеб. пособия для студентов техникумов) - ISBN 5-10-003149-2.
5. Лурье, И. С. Технохимический контроль сырья в кондитерском производстве: справочник / И. С. Лурье, А. И. Шаров. - М. : Колос, 2001. - 352 с. : ил. - ISBN 5-10-003607-9.
6. Карушева, Н. В. Технохимический контроль кондитерского производства / Н. В. Карушева, И. С. Лурье. - М.: Агропромиздат, 1990. - 160 с.: ил.
7. Трегубов, Н. Н. Технохимический контроль крахмало-паточного производства / Н. Н. Трегубов, В. Г. Костенко.- 2-е изд., перераб. и доп. - М.: Агропромиздат, 1991. - 271 с. : ил. - (Учебники и учебные пособия для студентов вузов)
8. Лебедева, Н. Н. Технохимический контроль на предприятиях отрасли (кондитерское производство): метод. указания / Н. Н. Лебедева, Г. А. Сидоренко; М-во образования и науки Рос. Федерации, Федер. гос. бюджет. образоват. учреждение высш. проф. образования "Оренбург. гос. ун-т", Каф. технологии пищевых пр-в. -

Электрон. текстовые дан. (1 файл: 940,97 КБ). - Оренбург : ОГУ, 2012. -Adobe Acrobat Reader 5.0

9. Сидоренко, Г. А. Методы оценки свойств сырья и продуктов питания / Г.А. Сидоренко, А.В. Берестова, Г.Б. Зинюхин. – Оренбург: ОГУ, 2013. – 42 с.

11. Грачев, Ю.П. Математические методы планирования экспериментов / Ю.П. Грачев. – М.: Пищевая промышленность, 1979. – 200 с.

12. Гаибова, Т. В. Статистические методы системного анализа: метод. указания к лаб. практикуму / Т. В. Гаибова, Н. А. Шумилина; М-во образования и науки Рос. Федерации, Федер. агентство по образованию, Гос. образоват. учреждение высш. проф. образования "Оренбург. гос. ун-т", Каф. систем. анализа и упр. – Оренбург: ГОУ ОГУ, 2005. – 18 с. Режим доступа: [http://artlib.osu.ru/web/books/metod\\_all/609\\_20110708.pdf](http://artlib.osu.ru/web/books/metod_all/609_20110708.pdf)

13. Симчера, В. М. Методы многомерного анализа статистических данных / В. М. Симчера. – М.: Финансы и статистика, 2008. – 398 с. Режим доступа: [http://biblioclub.ru/index.php?page=book\\_view&book\\_id=59559](http://biblioclub.ru/index.php?page=book_view&book_id=59559)

14. Костин, В. Н. Статистические методы и модели: учеб. пособие для вузов / В. Н. Костин, Н. А. Тишина; М-во образования Рос. Федерации, Гос. образоват. учреждение высш. проф. образования "Оренбург. гос. ун-т". - Оренбург : ГОУ ОГУ, 2004. - 138 с. - Библиогр.: с. 125. Режим доступа: [http://artlib.osu.ru/web/books/metod\\_all/516\\_20110701.pdf](http://artlib.osu.ru/web/books/metod_all/516_20110701.pdf)

## Приложение А

(обязательное)

### Значения коэффициентов $Z_1^2$ и $Z_2^2$

Таблица А.1 - Значения коэффициентов  $Z_1^2$  и  $Z_2^2$

Число степеней свободы (f)	Уровень значимости $\alpha$			
	0,05		0,01	
	$Z_1^2$	$Z_2^2$	$Z_1^2$	$Z_2^2$
1	2	3	4	5
1	0,199	1018	0,127	25464
2	0,271	39,5	0,189	199
3	0,321	13,9	0,234	41,8
4	0,359	8,26	0,269	19,3
5	0,390	6,02	0,299	12,1
6	0,415	4,85	0,324	8,88
7	0,437	4,14	0,345	7,08
8	0,456	3,67	0,364	5,95
9	0,473	3,33	0,382	5,19
10	0,488	3,08	0,397	4,64
11	0,502	2,88	0,411	4,23
12	0,514	2,72	0,424	3,90
13	0,526	2,60	0,436	3,65
14	0,536	2,49	0,447	3,44
15	0,546	2,40	0,457	3,26
16	0,555	2,32	0,467	3,11
17	0,563	2,25	0,476	2,98
18	0,571	2,19	0,484	2,87
19	0,578	2,13	0,492	2,78
20	0,585	2,08	0,500	2,69
25	0,615	1,91	0,533	2,38
30	0,639	1,79	0,559	2,18
35	0,658	1,70	0,581	2,04
40	0,664	1,64	0,599	1,93
45	0,688	1,59	0,615	1,85
50	0,700	1,55	0,629	1,79
55	0,711	1,51	0,641	1,73
60	0,720	1,48	0,653	1,69
65	0,729	1,46	0,663	1,65
70	0,737	1,44	0,672	1,62
75	0,744	1,42	0,680	1,59
80	0,750	1,40	0,688	1,56
85	0,756	1,38	0,695	1,54
90	0,762	1,37	0,701	1,52

## Приложение Б

(обязательное)

### Значения критерия $\alpha_T$ для определения грубых ошибок

Таблица Б.1 - Значения критерия  $\alpha_T$

Число повторностей (m)	Уровень значимости q	
	0,05	0,01
3	0,941	0,988
4	0,765	0,889
5	0,642	0,780
6	0,560	0,698
7	0,507	0,637
8	0,468	0,590
9	0,437	0,555
10	0,412	0,527
11	0,392	0,502
12	0,376	0,482
15	0,338	0,438
20	0,300	0,391
24	0,281	0,367
30	0,260	0,341

## Приложение В

(обязательное)

### Значения критерия Стьюдента $t(P;f)$ при разных уровнях значимости

Таблица В.1 - Значения критерия Стьюдента  $t(P;f)$

Число степеней свободы (f)	Уровень значимости q	
	0,05	0,01
1	12,17	63,66
2	4,30	9,93
3	3,18	5,84
4	2,78	4,60
5	2,57	4,03
6	2,45	3,71
7	2,37	3,5
8	2,31	3,36
9	2,26	3,25
10	2,23	3,17
11	2,20	3,11
12	2,18	3,06
13	2,16	3,01
14	2,15	2,98
30	2,04	2,75
40	2,02	2,70
60	2,00	2,66
120	1,98	2,62
$\infty$	1,96	2,58



## Приложение Г

(обязательное)

### Значения критерия Фишера $F_T$ для уровня значимости $q=0,05$

Таблица Г.1 - Значения критерия Фишера  $F_T$  для уровня значимости  $q=0,05$

Число степеней свободы знаменателя $f_2$	Число степеней свободы числителя $f_1$								
	1	2	3	4	5	6	12	14	$\infty$
1	161,4	199,5	215,7	224,6	230,2	234,0	243,9	249,0	254,3
2	18,5	19,0	19,2	19,3	19,3	19,3	19,4	19,5	19,5
3	10,1	9,6	9,3	9,1	9,0	8,9	8,7	8,6	8,5
4	7,7	6,9	6,6	6,4	6,3	6,2	5,9	5,8	5,6
5	6,6	5,8	5,4	5,2	5,1	5,0	4,7	4,5	4,4
6	6,0	5,1	4,8	4,5	4,4	4,3	4,0	3,8	3,7
7	5,6	4,7	4,4	4,1	4,0	3,9	3,6	3,4	3,2
8	5,3	4,5	4,1	3,8	3,7	3,6	3,3	3,1	2,9
9	5,1	4,3	3,9	3,6	3,5	3,4	3,1	2,9	2,7
10	5,0	4,1	3,7	3,5	3,3	3,2	2,9	2,7	2,5
11	4,8	4,0	3,6	3,4	3,2	3,1	2,8	2,6	2,4
12	4,8	3,9	3,5	3,3	3,1	3,0	2,7	2,5	2,3
13	4,7	3,8	3,4	3,2	3,0	2,9	2,6	2,4	2,2
14	4,6	3,7	3,3	3,1	3,0	2,9	2,5	2,3	2,1
15	4,5	3,7	3,3	3,1	2,9	2,8	2,5	2,3	2,1
30	4,2	3,3	2,9	2,7	2,5	2,4	2,1	1,9	1,6
40	4,1	3,2	2,9	2,6	2,5	2,3	2,0	1,8	1,5
60	4,0	3,2	2,8	2,5	2,4	2,3	1,9	1,7	1,4
120	3,9	3,1	2,7	2,5	2,3	2,2	1,8	1,6	1,3

## Приложение Д

(обязательное)

### Значения параметра $t(P)$ при разных значениях функции ошибок $\Phi(t)$

Таблица Д.1 - Значения параметра  $t(P)$  при разных значениях функции ошибок  $\Phi(t)$

$t_1$	$\Phi(t_1)$	$t_1$	$\Phi(t_1)$	$t_1$	$\Phi(t_1)$	$t_1$	$\Phi(t_1)$	$t_1$	$\Phi(t_1)$
0,05	0,5199	0,75	0,7734	1,45	0,9265	2,15	0,9842	2,85	0,9978
0,10	0,5398	0,80	0,7881	1,50	0,9332	2,20	0,9861	2,90	0,9981
0,15	0,5596	0,85	0,8023	1,55	0,9394	2,25	0,9878	2,95	0,9984
0,20	0,5793	0,90	0,8159	1,60	0,9452	2,30	0,9893	3,00	0,9987
0,25	0,5987	0,95	0,8289	1,65	0,9505	2,35	0,9906	3,05	0,9989
0,30	0,6179	1,00	0,8413	1,70	0,9554	2,40	0,9918	3,10	0,9990
0,35	0,6368	1,05	0,8531	1,75	0,9599	2,45	0,9929	3,15	0,9992
0,40	0,6554	1,10	0,8643	1,80	0,9641	2,50	0,9938	3,20	0,9993
0,45	0,6736	1,15	0,8749	1,85	0,9678	2,55	0,9946	3,25	0,9994
0,50	0,6915	1,20	0,8849	1,90	0,9713	2,60	0,9953	3,30	0,9995
0,55	0,7088	1,25	0,8944	1,95	0,9744	2,65	0,9960	3,35	0,9996
0,60	0,7257	1,30	0,9032	2,00	0,9772	2,70	0,9965	3,40	0,9997
0,65	0,7422	1,35	0,9115	2,05	0,9798	2,75	0,9970	3,45	0,9997
0,70	0,7580	1,40	0,9192	2,10	0,9821	2,80	0,9974	3,50	0,9998

## Приложение Е

*(обязательное)*

### Проверка гипотезы

Под гипотезой подразумевается некоторое предположение о случайной величине (функции распределения, математической модели и прочие). Примером может служить гипотеза об типе закона распределения.

Проверка статистических гипотез – один из разделов математической статистики. Необходимость выдвижения гипотез возникает при обработке или интерпретации результатов наблюдений. При проверке гипотезы необходимо установить, насколько экспериментальные результаты согласуются с выдвинутой гипотезой, после чего принять или отвергнуть гипотезу.

Правило, в соответствии с которым принимается или отвергается данная гипотеза, называется статистическим критерием. Построение критерия сводится к выбору подходящей функции от результата наблюдений, служащей мерой расхождения между экспериментальными и гипотетическими законами. При решении вопроса о принятии или отклонении какой-либо гипотезы с помощью какого-либо статистического критерия, основанного на результатах эксперимента, могут быть допущены ошибки двух типов.

Ошибка «первого рода» совершается тогда, когда гипотеза отвергается, а на самом деле она верна; «второго рода» – когда гипотеза принимается, а на самом деле она не верна. Результаты проверки гипотезы никогда не могут служить доказательством абсолютной справедливости и правильности гипотезы. Они означают лишь то, что гипотеза с заданной вероятностью не противоречит результатам эксперимента. Поэтому при проверке гипотезы нужно заранее допустить возможность ошибочного решения.

Соответственно, ошибку второго рода иногда называют пропуском события или ложноотрицательным срабатыванием - человек болен, но анализ крови

этого не показал, или у пассажира имеется холодное оружие, но рамка металлодетектора его не обнаружила (например, из-за того, что чувствительность рамки отрегулирована на обнаружение только очень массивных металлических предметов).

Слово «отрицательный» в данном случае не имеет отношения к желательности или нежелательности самого события. Термин широко используется в медицине. Например, тесты, предназначенные для диагностики заболеваний, иногда дают отрицательный результат (т.е. показывают отсутствие заболевания у пациента), когда на самом деле пациент страдает этим заболеванием. Такой результат называется ложноотрицательным.

В других областях обычно используют словосочетания со схожим смыслом, например, «пропуск события», и т.п. В информационных технологиях часто используют английский термин *false negative* без перевода.

Степень чувствительности системы защиты должна представлять собой компромисс между вероятностью ошибок первого и второго рода. Где именно находится точка баланса, зависит от оценки рисков обоих видов ошибок.

Вероятность того, что гипотеза будет отвергнута, хотя на самом деле она верна, называют уровнем значимости и обозначают  $q$ . Тогда величина  $P = 1 - q$ , называемая статистической надежностью, характеризует вероятность выполнения статистического критерия при условии, что гипотеза верна. В технических задачах, как правило, выбирают  $q = 0,05$  или  $0,01$ , что соответствует уровням значимости 5 % и 1 %.

Ошибки первого и второго рода являются большой проблемой в системах биометрического сканирования, использующих распознавание радужной оболочки или сетчатки глаза, черт лица и т.д. Такие сканирующие системы могут ошибочно отождествить кого-то с другим, «известным» системе человеком, информация о котором хранится в базе данных (к примеру, это может быть лицо, имеющее право входа в систему, или подозреваемый преступник и т.п.). Противоположной ошибкой будет неспособность системы распознать легитимного зарегистрированного пользователя, или опознать подозреваемого в преступлении.

Таблица Е.1 - Критические значения коэффициента корреляции  $r$

n	p			
	0,001	0,01	0,05	0,1
5	0,991	0,959	0,878	0,805
6	0,974	0,917	0,811	0,729
7	0,951	0,875	0,754	0,669
8	0,925	0,834	0,707	0,621
9	0,898	0,798	0,666	0,582
10	0,872	0,765	0,632	0,549
11	0,847	0,735	0,602	0,521
12	0,823	0,708	0,576	0,497
13	0,801	0,684	0,553	0,476
14	0,780	0,661	0,532	0,458
15	0,760	0,641	0,514	0,441
16	0,742	0,623	0,497	0,426
17	0,725	0,606	0,482	0,412
18	0,708	0,590	0,468	0,400
19	0,693	0,575	0,456	0,389
20	0,679	0,561	0,444	0,378
21	0,665	0,549	0,433	0,369
22	0,652	0,537	0,423	0,360
23	0,640	0,526	0,413	0,352
24	0,629	0,515	0,404	0,344
25	0,618	0,505	0,396	0,337
26	0,607	0,496	0,388	0,330
27	0,597	0,487	0,381	0,323

Продолжение таблицы Е.1

n	p			
	0,001	0,01	0,05	0,1
28	0,588	0,479	0,374	0,317
29	0,579	0,471	0,367	0,311
30	0,570	0,463	0,361	0,306
31	0,562	0,456	0,355	0,301
32	0,554	0,449	0,349	0,296
33	0,547	0,442	0,344	0,291
34	0,539	0,436	0,339	0,287
35	0,532	0,430	0,334	0,283
36	0,525	0,424	0,329	0,279
37	0,519	0,418	0,325	0,275
38	0,513	0,413	0,320	0,271
39	0,507	0,408	0,316	0,267
40	0,501	0,403	0,312	0,264
41	0,495	0,398	0,308	0,260
42	0,490	0,393	0,304	0,257
43	0,484	0,389	0,301	0,254
44	0,479	0,384	0,297	0,251
45	0,474	0,380	0,294	0,248
46	0,469	0,376	0,291	0,246
47	0,465	0,372	0,288	0,243
48	0,460	0,368	0,285	0,240
49	0,456	0,365	0,282	0,238
50	0,451	0,361	0,279	0,235

Продолжение таблицы Е.1

n	p			
	0,001	0,01	0,05	0,1
51	0,447	0,358	0,276	0,233
52	0,443	0,354	0,273	0,231
53	0,439	0,351	0,271	0,228
54	0,435	0,348	0,268	0,226
55	0,432	0,345	0,266	0,224
56	0,428	0,341	0,263	0,222
57	0,424	0,339	0,261	0,220
58	0,421	0,336	0,259	0,218
59	0,418	0,333	0,256	0,216
60	0,414	0,330	0,254	0,214
61	0,411	0,327	0,252	0,213
62	0,408	0,325	0,250	0,211
63	0,405	0,322	0,248	0,209
64	0,402	0,320	0,246	0,207
65	0,399	0,317	0,244	0,206
66	0,396	0,315	0,242	0,204
67	0,393	0,313	0,240	0,203
68	0,390	0,310	0,239	0,201
69	0,388	0,308	0,237	0,200
70	0,385	0,306	0,235	0,198
80	0,361	0,286	0,220	0,185
90	0,341	0,270	0,207	0,174

Продолжение таблицы Е.1

n	p			
	0,001	0,01	0,05	0,1
100	0,324	0,256	0,197	0,165
110	0,310	0,245	0,187	0,158
120	0,297	0,234	0,179	0,151
130	0,285	0,225	0,172	0,145
140	0,275	0,217	0,166	0,140
150	0,266	0,210	0,160	0,135
200	0,231	0,182	0,139	0,117
250	0,207	0,163	0,124	0,104
300	0,189	0,149	0,113	0,095
350	0,175	0,138	0,105	0,088
400	0,164	0,129	0,098	0,082
450	0,155	0,121	0,092	0,078
500	0,147	0,115	0,088	0,074
600	0,134	0,105	0,080	0,067
700	0,130	0,101	0,078	0,062



## Основные формулы, используемые при обработке результатов исследований

Точность измерений оценивают с помощью следующих критериев, разработанных для малого числа определений.

1. Выборочное среднее (среднее арифметическое) – математическое ожидание (используется для простейшего прогнозирования)

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i, \quad (\text{E.1})$$

где  $n$  – число измерений.

2. Единичные отклонения – отклонения отдельных измерений от среднего арифметического

$$E_i = x_i - \bar{x}. \quad (\text{E.2})$$

Алгебраическая сумма единичных отклонений  $\sum E_i$  равна нулю.

3. Выборочная дисперсия (рассеяние)

$$S^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (\bar{x} - x_i)^2}{k}, \quad (\text{E.3})$$

где  $k = n - 1$ , если  $0 < n < 50$ , при  $n \geq 50$  параметр  $k = n$ .

4. Выборочное среднеквадратичное (стандартное) отклонение

$$S = \sqrt{S^2}. \quad (\text{E.4})$$

5. Коэффициент вариации (относительное стандартное отклонение)

$$W = S \cdot 100 / \bar{x}. \quad (\text{E.5})$$

6. Выборочная дисперсия среднего значения

$$S_x^2 = \sum_{i=1}^n E_i^2 / n(n-1). \quad (\text{E.6})$$

7. Средняя квадратичная ошибка среднего арифметического или стандартное отклонение среднего результата

$$S_{\bar{x}} = \sqrt{S_x^2 / n}; \quad S_{\bar{x}} = S / \sqrt{n}. \quad (\text{E.7})$$

8. Точность измерения среднего результата

$$E_\alpha = t_\alpha S_{\bar{x}}, \quad (\text{E.8})$$

где  $\alpha$  - коэффициент надежности, принимают равным 0,95;

$t_\alpha$  - коэффициент Стьюдента или коэффициент нормированных отклонений.

9. Интервальные значения среднего результата

$$\bar{x} \pm E_\alpha. \quad (\text{E.9})$$

10. Относительная погрешность среднего результата, %

$$\pm E_\alpha \cdot 100 / \bar{x}. \quad (\text{E.10})$$

11. Числовая характеристика, выражающая линейную взаимосвязь двух случайных величин  $Y$  и  $X$  по совместным наблюдениям  $(x_1, y_1), (x_2, y_2), \dots, (x_n, y_n)$ , называется коэффициентом корреляции

$$r = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sqrt{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \sqrt{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}} \quad (\text{E.11})$$

Учебное пособие

Павел Викторович Медведев

Виталий Анатольевич Федотов

Галина Анатольевна Сидоренко

**НАУЧНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ**

ISBN 978-5-7410-1795-1



9 785741 017951