

*Л.И. Антоновская, И.П. Рокало, Н.А. Белясова, Н.И. Заяц*  
**ОЦЕНКА ДОСТОВЕРНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ  
 АНТИБАКТЕРИАЛЬНЫХ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ АНАЭРОБНО-  
 СУСПЕНЗИОННЫМ МЕТОДОМ**

*Белорусский государственный технологический университет, Минск*

**Введение.** Для количественной оценки антибактериальных свойств коррозионностойких полимерных композиций анаэробно-сuspензионным методом нами был разработан относительный количественный параметр, позволяющий по степени ингибирования метаболической активности сульфатредуцирующих бактерий под действием биоцидных добавок в составе композиций судить об их эффективности [1]. Для возможности сопоставления результатов анализа антибактериальных свойств материалов, полученных в межлабораторных испытаниях и для оценки влияния различного рода факторов на показатели, позволяющие судить об антибактериальных свойствах анализируемых материалов в анаэробно-сuspензионном методе, необходимо владеть информацией о достоверности полученных результатов.

**Цель исследования** состояла в оценке точности (достоверности) результатов измерений, выполненных в анаэробно-сuspензионном методе.

**Материалы и методы исследования.** Объектами исследования служили коррозионностойкие полимерные композиции (КПК) с биоцидными добавками на основе эпоксидных смол, использующиеся для защиты металлических изделий от биоповреждений, условно обозначенные как КПК-1...КПК-7.

Оценку антибактериальных свойств КПК осуществляли разработанным нами ранее анаэробно-сuspензионным методом [1] с использованием относительного количественного параметра степени бактериостойкости ( $A_{H_2S}$ ), который показывает, во сколько раз уменьшается метаболическая активность сульфатредуцирующих бактерий при инкубировании с биозащищенным образцом по сравнению с положительным контролем (разведенной в 100 раз в модифицированной среде Ван-Дельдена накопительной культурой сульфатредукторов). Этот параметр определяли по формуле:

$$A_{H_2S} = \frac{\bar{C}_0}{C_1}, \quad (1)$$

где  $\bar{C}_0$  – средняя (по результатам трех измерений) концентрация сероводорода в контроле, мг/дм<sup>3</sup>;  $C_1$  – концентрация сероводорода в культуральной жидкости с образцом, мг/дм<sup>3</sup>.

За результат принимали среднее арифметическое ( $\bar{A}_{H_2S}$ ) трех параллельных определений параметра  $A_{H_2S}$ .

Точность полученных результатов оценивали показателями прецизионности (стандартным отклонением повторяемости и промежуточным стандартным отклонением прецизионности). Планирование эксперимента и обработку результатов по оценке повторяемости и промежуточной

прецизионности осуществляли с учетом рекомендаций СТБ ИСО 5725-1-6-2002.

Образцы для исследований были выбраны так, чтобы перекрыть весь диапазон определения параметра  $A_{H_2S}$ .

Все измерения проводили в условиях одной лаборатории. Для каждого образца (уровня, количество уровней  $j=1\dots7$ ) осуществляли 15 серий измерений ( $i = 1\dots15$ ) по три результата единичного измерения ( $k=1\dots3$ ).

Стандартное отклонение повторяемости ( $S_{r,j}$ , отн.ед.) и промежуточное стандартное отклонение прецизионности ( $S_{I(TCO)}$ , отн.ед.) рассчитывали по формулам 2 и 4 соответственно.

$$S_{r,j} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^p (n_{i,j} - 1) S_{i,j}^2}{\sum_{i=1}^p (n_{i,j} - 1)}} \quad (2)$$

где  $n_{i,j}$  – количество параллельных результатов измерений,  $n_{i,j} = 3$ ;  $S_{i,j}$  – стандартное отклонение результатов единичных измерений, полученных в условиях повторяемости, отн.ед. Рассчитывается по формуле 3.

$$S_{i,j} = \sqrt{\frac{1}{n_{i,j} - 1} \sum_{k=1}^{n_{i,j}} (y_{i,j,k} - \bar{y}_{i,j})^2}, \quad (3)$$

где  $y_{i,j,k}$  – результат единичного измерения, отн.ед.;  $\bar{y}_{i,j}$  – среднее арифметическое результатов единичных измерений, полученных в условиях повторяемости, отн.ед.

$$S_{I(TCO)} = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{k=1}^n (y_k - \bar{y})^2}, \quad (4)$$

где  $n$  – число результатов промежуточной прецизионности,  $n = 15$ ;  $y_k$  – любой из результатов измерений в условиях промежуточной прецизионности, отн.ед.;  $\bar{y}$  – среднее арифметическое результатов измерений в условиях промежуточной прецизионности, отн.ед.

В соответствии с современными требованиями, точность результатов должна оцениваться неопределенностью. Оценку неопределенности определения параметра бактериостойкости ( $\bar{A}_{H_2S}$ ) проводили в соответствии с рекомендациями Руководства ЕВРАХИМ/СИТАК «Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях».

Для оценки неопределенности был использован «эмпирический» метод, в соответствии с которым стандартную неопределенность определения параметра бактериостойкости ( $u$ ) рассчитывали как корень квадратный из суммы квадратов стандартного отклонения ( $s$ ), характеризующего прецизионность измерений, и оценки смещения ( $b$ ):

$$u = \sqrt{s^2 + b^2} \quad (5)$$

**Результаты исследования и их обсуждение.** Расчетные значения стандартного отклонения повторяемости и промежуточного стандартного отклонения прецизионности приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Стандартное отклонение повторяемости и промежуточное стандартное отклонение прецизионности

Образец для оценивания (уровень)	$\bar{A}_{H_2S}$ , отн. ед.	$S_{r,j}$ , отн. ед.	$S_{I(TCO)}$ , отн. ед.
КПК-1	16,5	0,34	0,56
КПК-2	10,1	0,14	0,36
КПК-3	5,1	0,06	0,16
КПК-4	3,7	0,05	0,13
КПК-5	2,5	0,04	0,12
КПК-6	1,6	0,03	0,06
КПК-7	1,2	0,03	0,05

Данные показатели (таблица 1) были использованы нами для оценки точности (достоверности) результатов измерений, полученных в анаэробно-суспензионном методе.

Для расчета неопределенности (формула 5) в качестве оценки прецизионности ( $S$ ) использовали промежуточное стандартное отклонение прецизионности ( $S_{I(TCO)}$ ), так как оно учитывает большее по сравнению со стандартным отклонением повторяемости ( $S_r$ ) количество влияющих на прецизионность эффектов.

Поскольку экспериментальные данные по смещению ( $b$ ) получить не удалось, то в соответствии с рекомендациями «ЕВРОЛАБ» «Пересмотр неопределенности измерения: альтернативные подходы к оценке неопределенности», стандартная неопределенность равна удвоенному значению промежуточного стандартного отклонения прецизионности:

$$u = 2 \cdot S_{I(TCO)} \quad (6)$$

На рисунке 1 представлена зависимость стандартной неопределенности ( $u$ ) от параметра бактериостойкости ( $\bar{A}_{H_2S}$ ).

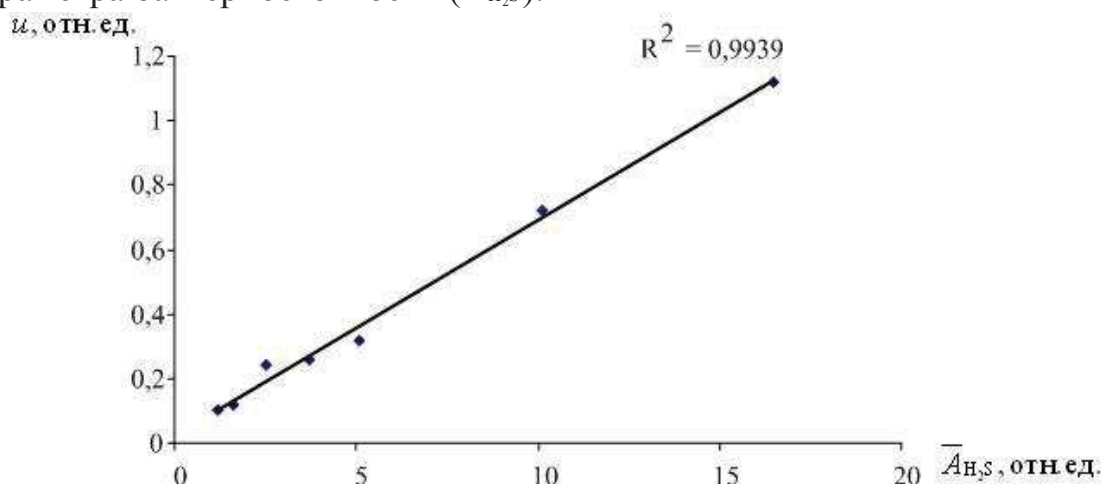


Рисунок 1 – Зависимость стандартной неопределенности ( $u$ ) от параметра бактериостойкости ( $\bar{A}_{H_2S}$ )

Достоверность аппроксимации ( $R^2$ ) зависимости стандартной неопределенности ( $u$ ) от параметра бактериостойкости ( $\bar{A}_{H_2S}$ ) составляет 0,99,

что дает право использовать в дальнейшем данную графическую зависимость для оценки неопределенности параметра бактериостойкости ( $\bar{A}_{H_2S}$ ).

Как видно из рисунка 1, зависимость стандартной неопределенности ( $u$ ) от параметра бактериостойкости ( $\bar{A}_{H_2S}$ ) имеет линейный характер, следовательно, теоретическое уравнение кривой будет иметь вид:

$$u = a\bar{A}_{H_2S} + b, \quad (7)$$

где  $a$  – угловой коэффициент кривой;  $b$  – точка пересечения кривой с осью ординат.

Коэффициенты  $a$  и  $b$  найдены по результатам семи определений относительного параметра бактериостойкости  $\bar{A}_{H_2S}$  и стандартной неопределенности  $u$  с помощью метода наименьших квадратов по формулам (8) и (9).

$$a = \frac{m \sum_{i=1}^m (\bar{A}_{H_2S})_i \cdot (u)_i - \sum_{i=1}^m (\bar{A}_{H_2S})_i \cdot \sum_{i=1}^m (u)_i}{m \cdot \sum_{i=1}^m (\bar{A}_{H_2S})_i^2 - \left( \sum_{i=1}^m (\bar{A}_{H_2S})_i \right)^2}, \quad (8)$$

$$b = \frac{\sum_{i=1}^m (u)_i - a \cdot \sum_{i=1}^m (\bar{A}_{H_2S})_i}{m}, \quad (9)$$

где  $m$  – количество пар точек, используемых для построения зависимости;  $i$  – индекс точки,  $i = 1, 2, \dots, m = 7$ .

Расчетное значение коэффициента « $a$ » составило 0,066, « $b$ » – 0,023, найденная зависимость имеет вид:

$$u = 0,066 \cdot \bar{A}_{H_2S} + 0,023 \quad (10)$$

Неопределенность определения параметра бактериостойкости в пределах диапазона измерений от 1 отн.ед. до 20 отн.ед. составила в среднем 7,8%.

**Вывод.** Таким образом, разработанный нами анаэробно-суспензионный метод позволяет получать результаты с достаточно высокой точностью и достоверностью.

#### *Литературные источники*

1. Антоновская, Л. И. Разработка относительного количественного параметра антибактериальных свойств материалов Л.И. Антоновская, Н.А. Белясова // Прил. к журн. «Весці НАН Беларусь». – 2011. (в печати).

*L.I. Antanouskaya, I.P. Rokalo, N.A. Belyasova, N.I. Zayats*

### **THE ASSESSMENT OF DEFINITION RESULTS CERTAINTY OF MATERIALS ANTIMICROBIAL PROPERTIES USING ANAEROBIC-SUSPENDED METHOD**

*Belarusian State Technological University, Minsk*

#### **Summary**

The antimicrobial properties of a range of rust-stable polymeric coatings for metals were defined using a developed anaerobic-suspended method. The estimation of frequency and intermediate precision of the method were ascertained. The functional relation of result vagueness to definable parameter of the microbial-resistant level ( $A_{H_2S}$ ) was determined. Worked-out method was approved to allow us to get highly accurate and reliable results.