

УДК 531.083.8 (045)

Л.А. Кошевая

Национальный авиационный университет, Киев

ОРГАНИЗАЦИЯ МЕЖЛАБОРАТОРНОГО ЭКСПЕРИМЕНТА ПРИ НЕОДНОРОДНЫХ ОБРАЗЦАХ

Описывается порядок проведения эксперимента при возможной существенной неоднородности образцов продукции, позволяющий оценить прецизионность методики и составляющую дисперсии, вызванную неоднородностью образца. Найденные при этом статистические показатели точности позволяют оценить результат в соответствии с требованиями международных стандартов при решении спорных вопросов между поставщиками и потребителями.

Ключевые слова: лабораторные испытания, неоднородность образца, прецизионность, план эксперимента, статистический анализ, дисперсионный анализ.

Введение

Оценка соответствия продукции установленным требованиям по составу и свойствам осуществляется по результатам испытаний продукции, которые проводятся испытательными лабораториями. При проведении испытаний, как правило, основное внимание уделяется процедуре проведения испытаний в соответствии со стандартами на методы испытаний, состоянию средств измерительной техники и испытательного оборудования, наличию эталонных мер и т.д. До сих пор нередки случаи в практике испытательных лабораторий, когда результаты испытаний, полученные лабораторией, не оцениваются. В таких случаях считают, что качество продукции, ее потребительские свойства определяют характеристики физических свойств. Эти свойства определяются при испытании образцов, требования к которым регламентированы стандартами на методы испытаний.

При отборе образцов продукции для проведения испытаний следует иметь в виду, что продукция, условно принятая как однородная, в действительности может оказаться неоднородной как по составу, так и по физическим свойствам. При получении результатов испытаний, значительно отличающихся друг от друга или от ожидаемых значений, возникает вопрос, в чем причина расхождений: в плохо проведенном испытании, или это проявление неоднородности распределения свойств объекта испытания.

Наиболее распространенным способом оценки однородности материала образца является дисперсионный анализ, при котором возможно выделение составляющей общей дисперсии результата, связанной с неоднородностью образца. В большинстве международных стандартов на методы испытаний содержатся требования к характеристикам точности результатов, таким как стандартные отклонения повторяемости и воспроизводимости, пределам повто-

ряемости и воспроизводимости, показателям правильности, оценить которые достоверно можно при межлабораторном эксперименте. Показатели точности результатов измерений зависят от множества факторов, выявить которые в отдельной лаборатории зачастую невозможно. Поэтому возникает необходимость в проведении межлабораторного эксперимента, при выполнении которого происходит естественная рандомизация уровней факторов, влияющих на результат измерений.

Правильная организация таких экспериментов при оценивании неоднородных образцов продукции является актуальной в силу возросших требований потребителей к продукции, приводящих к более тщательному следованию рекомендациям соответствующих международных стандартов.

Основная часть

Основная модель оценивания прецизионности результатов измерений (испытаний) предполагает наличие идентичных образцов материала для использования в эксперименте. С целью оценки точности (правильности и прецизионности) методики измерений целесообразно предположить, что каждый k -й результат измерений конкретного исследуемого материала, полученный в i -й лаборатории на j -м уровне в условиях повторяемости, y_{ijk} представляет собой сумму трех составляющих:

$$y_{ijk} = m_j + V_{ij} + e_{ijk}, \quad (1)$$

где m_j – общее среднее значение (математическое ожидание) результатов, полученных на j -м уровне ($j = \overline{1, q}$); V_{ij} – лабораторная составляющая смещения результата, полученного в условиях повторяемости в i -й лаборатории ($i = \overline{1, p}$) на j -м уровне; e_{ijk} – случайная составляющая погрешности k -го результата $k = \overline{1, n}$, полученного в i -й лаборатории на j -м уровне в условиях повторяемости.

Выражение (1) справедливо для оценки характеристик однородных образцов. При этом предполагается проведение эксперимента с использованием плана с однородными уровнями [1], реализация которого предусматривает, что каждой лаборатории отправляют один образец на каждом уровне эксперимента и получают по два результата измерений по каждому образцу.

Если производится исследование образцов, изготовленных не из гомогенного, а из гетерогенного материала, то в некоторых случаях возможна существенная неоднородность образцов, что нарушает предпосылки (1) и искажает результат. При существенной неоднородности образцов дисперсия, вызванная их различием, будет добавлена к межлабораторной дисперсии, и результат, полученный по выражению (1), даст завышенные оценки стандартного отклонения воспроизводимости. Для оценивания показателей точности (в первую очередь прецизионности) характеристик неоднородного (гетерогенного) материала необходимо организовать такой эксперимент, который позволит выделить информацию о неоднородности образцов. При этом при расчете оценки воспроизводимости будет исключена составляющая дисперсии, вызванная различиями между образцами.

В случае если нарушается условие однородности объектов испытаний, что часто происходит при аналитических измерениях, необходимо проведение эксперимента с гетерогенным материалом [2]. Гетерогенным является материал, измеряемые порции которого (фрагменты, навески) имеют разные значения измеряемой величины, причем стандартное отклонение этих расхождений может превышать ожидаемое стандартное отклонение повторяемости σ_r , а иногда и воспроизводимости σ_R для используемой методики измерений или является сравнимым с ним.

Для определенного уровня такое расхождение имеет две составляющие общей дисперсии: одна обусловлена расхождением между образцами, получаемыми разными лабораториями, а вторая – расхождением между k -ми результатами измерений каждого из образцов.

В соответствии с изложенным, для эксперимента на гетерогенных материалах базовая модель (1) модифицируется и приобретает вид:

$$Y = m_j + V_{ijk} + N_{ikt} + e_{ijk}, \quad (2)$$

где N_{ikt} – характеризует неидентичность образцов, t – номер образца ($t = \overline{1, g}$).

Такой план может быть применен и в случаях, когда необходимо выявить неоднородность материалов, что предполагает включение дисперсии, возникающей из-за неоднородности материала, в пока-

затель прецизионности методики измерений. Такая ситуация может возникать, например, при решении вопроса удовлетворительна ли процедура отбора образцов или же она требует улучшения. В этом случае целью эксперимента по оценке прецизионности является обнаружение различий в образцах, которые ожидаются на практике. Знание реальной неоднородности позволит определить, сколько объектов надо испытывать, например, при сертификации продукции.

Если допустить, что различие между образцами обусловлено случайными причинами, не зависящими от лаборатории, то член N_{ikt} имеет математическое ожидание, равное нулю, и дисперсию:

$$\text{var}(N_{ikt}) = \sigma_N^2.$$

Таким образом, в каждую из p участвующих лабораторий отправляют минимум по два образца ($g = 2$) для всех q уровней и по каждому из этих образцов получают по два результата. Эти данные используют для оценки различий между образцами и для вычисления значения стандартного отклонения воспроизводимости измерений, из которого будет исключено различие в образцах. Как видно, такой план требует большего количества образцов для измерений (испытаний).

В этом случае план эксперимента предусматривает включение трех факторов, расположенных иерархически: «лаборатории» на верхнем уровне иерархии, «образцы в пределах лаборатории» на следующем уровне и «результаты испытаний в пределах образцов» на нижнем уровне иерархии. Схема плана для неоднородного материала приведена на рис 1.

Каждое сочетание лаборатории и уровня представляет элемент плана. В [3] содержится требование, что группу из n испытаний следует проводить в условиях повторяемости. В эксперименте с неоднородным материалом эти требования относятся к группе из $g \times n$ испытаний в элементе, то есть ко всем испытаниям в лаборатории на одном уровне. В эксперименте с неоднородным материалом количество образцов, которые нужно приготовить на каждом уровне, равно $p \times g$ (т.е. 2р в случае, когда $g = 2$). Важно чтобы эти $p \times g$ образцов были распределены между участвующими лабораториями случайно. Для случая с двумя образцами на лабораторию и двумя результатами испытаний на образец ($g = n = 2$) элемент одержит 4 результата испытаний.

Для этого случая определяют:

– среднее значение элемента и размах значений между образцами для лаборатории i и уровня j :

$$y_{ij} = |y_{ij1} + y_{ij2}| / 2;$$

$$w_{ij} = |y_{ij1} - y_{ij2}|;$$



Рис. 1. План эксперимента для неоднородных образцов

– общее среднее значение и стандартное отклонение среднего значения элемента для уровня j :

$$y_j = \sum_{i=1}^p (y_{ij} - y_j) / p; \quad (3)$$

$$s_{yj} = \sqrt{\sum_{i=1}^p (y_{ij} - y_j)^2 / (p-1)}. \quad (4)$$

Для каждого уровня j эксперимента рассчитывают следующее:

– сумму квадратов размахов значений между результатами испытаний:

$$SS_{rj} = \sum_{j=1}^p \sum_{t=1}^2 w_{ijt}^2;$$

– сумму квадратов размахов значений между образцами:

$$SS_{Hj} = \sum_{j=1}^p w_{ij}^2;$$

– среднее значение и стандартное отклонение средних значений элементов, используя уравнения (3) и (4).

На основании полученных данных эксперимента рассчитывают:

– стандартное отклонение повторяемости s_{rj} :

$$s_{rj} = \sqrt{SS_{rj} / 4p} = \sqrt{\sum_{j=1}^p \sum_{t=1}^2 w_{ijt}^2 / 4p};$$

– стандартное отклонение воспроизводимости s_{Rj} :

$$s_{Rj} = \sqrt{s_{yj}^2 + (SS_{rj} - SS_{Hj}) / 4p} = \sqrt{s_{yj}^2 + \frac{1}{4p} \left(\sum_{j=1}^p \sum_{t=1}^2 w_{ijt}^2 - \sum_{j=1}^p w_{ij}^2 \right)};$$

– стандартное отклонение, которое характеризует различие между образцами s_{Hj} :

$$s_{Hj}^2 = SS_{Hj} / 2p - SS_{rj} / 8p.$$

Было бы неправильным использовать критерий значимости различия между образцами. Даже если в

соответствии с этим критерием выяснится, что различие между образцами не является статистически значимым, это не доказывает, что данное различие является незначительным (пренебрежимо малым).

Далее следует проверить, зависят ли s_{rj} и s_{Rj} от общего среднего значения y_j . В случае, если такая зависимость присутствует, то необходимо определить функциональные соотношения, подробно рассмотренные в работе [4].

В соответствии с правилами проведения статистического анализа необходимо проверить данные на совместимость. В данном случае, используя рекомендации [2], в соответствии с которыми для проверки совместимости средних значений элементов, вычисляют значения статистики h :

$$h_{ij} = (y_{ij} - y_j) / s_{yj}.$$

Если на графике расположить значения этой статистики в порядке уровней, сгруппировав их по лабораториям, можно выявить несовместимые лаборатории.

Чтобы проверить совместимость размахов значений между образцами, вычисляют значения статистики k :

$$k_{ij} = w_{ij} / \sqrt{SS_{Hj} / p}.$$

Если лаборатория представляет в основном данные со смещениями, то в графике, полученном из средних значений элементов для лаборатории, будут преобладать большие значения статистик h , направленные в одну сторону. Если в лаборатории не выполняются условия повторяемости, то это дает необычно большие значения статистики k на графике, полученном из размахов значений между результатами испытаний. Если наблюдаются посторонние факторы, увеличивающие различие между образцами, то необычно большие значения статистики k окажутся на графике, полученном из размахов значений между образцами.

Для проверки данных на разбросы и выбросы, среди размахов между результатами испытаний,

рассчитывают статистику Кохрена для каждого уровня j :

$$C = w_{\max}^2 / SS_{Tj},$$

где w_{\max} – максимальный из размахов между результатами испытаний w_{ijt} для уровня j .

Чтобы проверить данные на разбросы и выбросы среди размахов значений между образцами, вычисляют статистику Кохрена для каждого уровня j :

$$C = w_{\max}^2 / SS_{Hj},$$

где w_{\max} – максимальный размах значений между образцами w_{ij} для уровня j .

Чтобы проверить средние значения элементов на разбросы и выбросы, рассчитывают статистику Граббса из средних значений элементов, как показано в [2] для каждого уровня j .

При эксперименте с неоднородным материалом применять критерии следует в следующем порядке. Во-первых, критерий Кохрена следует применять к размахам значений между результатами испытаний. Если на основании такой проверки сделан вывод, что размах значений между результатами испытаний является выбросом, и он должен быть исключен, то два результата испытаний, вызвавших этот выбросовый размах, должны быть исключены из расчета стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости, но остальные результаты испытаний в элементе следует оставить. Затем следует применить критерий Кохрена к размахам значений между образцами и в последнюю очередь следует применить критерии Граббса к средним значениям элементов. Если решено, что размах значений между образцами или среднее значение элемента является выбросом и результаты, которые вызывают его, нужно исключить, то исключают все результаты испытаний соответствующего элемента из расчета оценок стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости.

Выводы

Отмечающееся в последнее время внедрение новых передовых технологий, обеспечивающих по-

лучение более однородной продукции, возросшие требования потребителей к качеству выпускаемой продукции приводит к более тщательному выполнению рекомендаций соответствующих международных стандартов. Современные требования предполагают осуществление адекватного оценивания влияния неоднородности образцов, которое заключается в выделении дисперсии, обусловленной неоднородностью образца, из общей дисперсии результата. Обеспечить такое оценивание возможно путем введения в модель результата измерений, составляющих, обусловленных неоднородностью образцов. Специально спланированный межлабораторный эксперимент, проводимый с этой целью, позволяет достоверно оценивать результаты испытаний при решении спорных вопросов между поставщиками и потребителями. Кроме того, знание реальной неоднородности позволит решить вопрос об удовлетворительности процедуры отбора образцов.

Список литературы

1. Статистика. Словник термінів і позначки. Ч.1. Загальні статистичні терміни та терміни теорії ймовірностей (ISO 3534-1:2006, IDT): ДСТУ ISO 3534-1:2008 – [Чинний з 2010-01-01].
2. Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Ч. 5. Альтернативні методи визначення прецизійного стандартного методу вимірювань: (ISO/IEC 5725-5:1994, IDT): ДСТУ ГОСТ ISO 5725-5:2005. – [Чинний від 2006-07-01]. – К.: Держспоживстандарт України, 2006. – 80 с.
3. Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Ч. 2. Основний метод визначення повторюваності та відтворюваності стандартного методу вимірювань: (ISO/IEC 5725-2:1994, IDT): ДСТУ ГОСТ ISO 5725-2:2005. – [Чинний від 2006-07-01]. – К.: Держспоживстандарт України, 2006. – 48 с.
4. Володарський Є.Т. Ітераційна процедура оцінювання залежності прецизійності результату випробувань від рівня досліджуваної величини / Є.Т. Володарський, Л.О. Кошева // Інформаційні технології та комп'ютерна інженерія. – 2011. – №.2(21). – С. 22-26.

Поступила в редколлегию 8.08.2012

Рецензент: д-р техн. наук, проф. Е.Т. Володарский, Национальный технический университет Украины «КПИ», Киев.

ОРГАНІЗАЦІЯ МІЖЛАБОРАТОРНОГО ЕКСПЕРИМЕНТУ ПРИ НЕОДНОРІДНИХ ЗРАЗКАХ

Л.О. Кошева

Описується порядок проведення експерименту при можливій суттєвій неоднорідності зразків продукції, що дозволяє оцінити прецизійність методики і складову дисперсії, викликану неоднорідністю зразка. Знайдені при цьому статистичні показники точності дозволяють оцінити результат відповідно до вимог міжнародних стандартів при вирішенні спірних питань між постачальниками і споживачами.

Ключові слова: Лабораторні випробування, неоднорідність зразка, прецизійність, план експерименту, статистичний аналіз, дисперсійний аналіз.

ORGANIZATION OF INTERLABORATORY EXPERIMENT WITH HETEROGENEOUS SAMPLES

L.A. Koshevaya

Describes how the experiment with potentially significant heterogeneity of product samples for assessing the precision of the method and component variance caused by the heterogeneity of the sample. Found statistics allow to estimate the accuracy of the result in accordance with international standards for dealing with controversial issues between suppliers and consumers.

Keywords: laboratory tests, sample heterogeneity, precision, experimental design, statistical analysis, analysis of variance.