

УДК 616. 07:519.248(045)

Е.Т. Володарский¹, Л.А. Кошечая²¹Национальный технический университет Украины «КПИ», Киев²Национальный авиационный университет, Киев

ОСОБЕННОСТИ ОЦЕНИВАНИЯ СТАБИЛЬНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ЛАБОРАТОРНЫХ ИСПЫТАНИЙ

Показаны методологические особенности выбора плана контроля, построения и интерпретации контрольных карт, овладение которыми позволит квалифицированно оценивать стабильность процесса лабораторных испытаний.

Ключевые слова: лабораторные испытания, внутрилабораторный контроль, стабильность показателей, контрольные карты, правильность, прецизионность.

Введение

Доверие к результатам лабораторных испытаний продукции обеспечивается не только правильностью и прецизионностью экспериментальных данных [1], но и способностью лаборатории поддерживать эти показатели в заданных пределах. Одним из действенных инструментов при этом являются контрольные карты Шухарта [2], которые дают возможность отслеживать ход процесса, предупреждая отклонения от предъявленных к процессу требований, выявить разлаженность процесса испытания, оценивая, таким образом, его стабильность. В настоящее время существует множество разновидностей контрольных карт. Правильность их выбора и толкования получаемой информации для выработки предупреждающих или корректирующих действий требует определенных знаний взаимосвязи правил построения карт и параметров технологического процесса.

Цель статьи. Используя вероятностный подход, обосновать выбор статистических критериев и показателей, которые используются при построении карт Шухарта. Исходя из нормированных в методике показателей точности результатов испытаний, показать особенности расчета предупредительных пределов и пределов действия для осуществления контроля стабильности лабораторных результатов.

Постановка проблемы. При аттестации или валидации методики испытаний лаборатория должна обеспечивать достоверность получаемых результатов, оперативную информацию о которых получают в процессе мониторинга испытаний. Применяя при этом контрольные карты, можно оценить состояние процесса испытаний, контролируя его стабильность с целью не допустить его разлаженности. О стабильности процесса испытаний судят по изменчивости показателей лабораторной повторяемости, промежуточной прецизионности, а также правильности получаемых результатов. Для эффективного использования контрольных карт необходимо

понимать принципы, которые заложены при их создании, что позволит обоснованно выбрать контролируемые характеристики процесса испытаний, несущие информацию о его стабильности и рассчитать допустимые предельные значения, при которых обеспечивается стабильность. Контроль стабильности проводят при специально организованном эксперименте. Выбор интервалов времени при мониторинге зависит от показателей точности, которые характеризуют достоверность результатов, получаемых лабораторией, в процессе испытаний.

В зависимости от режима работы лаборатории (реализации условий испытаний) необходимо разработать план проведения мониторинга стабильности ее результатов, предполагая использование стандартного или контрольного образца, а при их отсутствии – непосредственно одного из объектов испытания.

Основная часть

Лабораторные испытания проводятся в соответствии с аттестованной или валидированной методикой. Это говорит о том, что всегда известно и нормировано значение среднего квадратического отклонения (СКО) σ прецизионности результата испытаний, которое берется за основу при определении допустимого рассеивания результатов при рутинных лабораторных испытаниях, в том числе и при построении карт Шухарта.

По своей сути процедура лабораторных испытаний является разновидностью технологического процесса, стабильность которого зависит от влияющих факторов, способных привести к изменению условий проведения испытаний, предписанных методикой. Изменения в условиях испытаний проявляются в смещении результатов измерения (изменение их правильности) и их дополнительному рассеиванию (изменение прецизионности). Изменчивость правильности и прецизионности обусловлена влиянием случайных величин, а также некоторых деста-

билизирующих факторов, имеющих систематический характер и свидетельствующих о разлаженности процесса испытаний.

Для гарантии достоверности получаемых результатов необходимо производить статистическое оценивание изменений правильности и прецизионности лабораторных испытаний, проверять нахождение их в некоторых допустимых пределах, обусловленных предположением о влиянии только случайных величин и ограниченного количества элементов в выборке.

Более чувствительным к отклонению условий от номинальных, указанных в методике, являются показатели прецизионности. Внутрилабораторная прецизионность, в общем случае, характеризуется двумя составляющими: повторяемостью и промежуточной прецизионностью. Если повторяемость характеризует влияние только случайных величин, то промежуточная прецизионность учитывает как влияние случайных величин, так и некоторые нормированные отклонения в организации процесса испытаний при рутинных лабораторных испытаниях. Такая ситуация наблюдается, например, при работе лаборатории в несколько смен: меняются операторы и время проведения испытаний. В виду возможного в допустимых пределах различия в квалификации операторов или параметров окружающей среды в различные смены нарушаются условия повторяемости, что приводит к дополнительному рассеянию результатов.

Для контроля стабильности процесса испытаний необходимо, в первую очередь, проводить мониторинг его прецизионности (изменения σ во времени), что может быть вызвано как влиянием случайных величин, так и разлаженностью процесса испытаний. Кроме того, необходимо контролировать правильность получаемых результатов, т.е. лабораторное смещение, которое проявляется в изменении среднего во времени.

Проводя контроль стабильности, немаловажную роль играет оперативность получения информации для раннего выявления тенденций, могущих привести к разлаженности процесса испытаний. Как правило, для обеспечения оперативности действий анализируются выборки малых объёмов. Однако для выборок малых объёмов получаемые оценки дисперсии оцениваются с низкой статистической надёжностью. Это надо иметь в виду при выборе вида контрольной карты.

При выборках малого объёма размах R даёт более эффективную оценку рассеяния результатов, чем СКО. Существует некоторая статистика, связывающая σ и R [3]:

$$M\left(\frac{R_n}{\sigma}\right) = \alpha_n, \quad (1)$$

где α_n – табулированное значение, зависящее от ко-

личества элементов n в выборке; R_n – размах выборки из n элементов.

По данной статистике можно определить математическое ожидание размаха

$$M(R_n) = \alpha_n \sigma. \quad (2)$$

Кроме того, как видно из выражения (1), α_n является несмещённой оценкой, а, следовательно, и $M(R_n)$ также является несмещённой оценкой.

Рассеяние возможных значений отношения $\frac{R_n}{\sigma}$ при фиксированном значении n , обусловленное влиянием случайных величин и ограниченностью объёма выборки, также является табулированным. Таким образом, существует зависимость

$$\text{var}\left(\frac{R_n}{\sigma}\right) = \beta_n,$$

которая позволяет при заданном σ установить рассеяние возможных значений размаха R_n по отношению к $M(R_n)$

$$\text{var}(R_n) = \beta_n \sigma. \quad (3)$$

Используя выражения (2) и (3) можно определить абсолютные значения квантилей вариации размаха R_n в виде

$$M(R_n) \pm k(P) \text{var}(R_n), \quad (4)$$

где $k(P)$ – коэффициент, зависящий от значения доверительной вероятности.

Так как размах есть число положительное, то для левого квантиля должно выполняться условие

$$[M(R_n) - k(P) \text{var}(R_n)] > 0. \quad (5)$$

Данные соотношения положены в основу построения контрольных карт Шухарта [2], в которых для принятия решения о стабильности показателей лабораторных испытаний вводятся предупредительные границы $k(P) = 2$ и границы действия $k(P) = 3$, что соответствует вероятности принятия решения $P = 95\%$ и $P = 99,7\%$.

При построении карты R -размахов в качестве центральной линии используется табличное значение α_n [3], которое в стандарте [2] обозначено d_2 . Так, например, при $n = 2$ в соответствии с [3] $d_2 = 1,128$ и $M(R_n) = 1,128\sigma$, что принимается за центральную линию CL .

Пределы действия в R -карте должны отстоять от центральной линии на $\pm 3\text{var}(R_n)$. Например, верхний предел действия:

$$UCL_d(n) = d_2\sigma + 3d_3\sigma = D_2\sigma,$$

где d_3 соответствует значению β_n , взятому из той же таблицы, так как при $n = 3$, $d_3 = 0,853$. Вычисленные таким образом значения $D_2 = (d_2 + 3d_3)$ приводятся в таблице [2].

Аналогично для нижнего предела действия получим:

$$LCL_d = d_2\sigma - 3d_3\sigma \\ \text{или } LCL_d = D_1\sigma,$$

где $D_1 = d_2 - 3d_3$.

Проанализировав данные, приведенные в таблицах [3], приходим к выводу, что соотношение (5) при $k(P) = 3$ будет выполняться лишь при $n \geq 7$. Поэтому в таблице [2] приводится D_1 , начиная с $n = 7$. Для значений $n < 7$ нижний предел действия отсутствует. В качестве его принимается нулевая линия карты Шухарта.

Для вычисления верхнего и нижнего пределов предупреждения также исходят из выражений (4) и (5). Например, при $k(P) = 2$

$$UCL_{np} = D_2(2)\sigma, \text{ где } D_2(2) = d_2 + 2d_3;$$

$$LCL_{np} = D_1(2)\sigma, \text{ где } D_1(2) = d_2 - 2d_3.$$

Соотношение (5) в этом случае будет выполняться лишь при $n \geq 4$. В остальных случаях численное значение нижнего предела предупреждения отсутствует – оно заменяется значением «0».

Вычисленные значения для центральной линии $CL = d_2\sigma$, верхней и нижней границ действия

$$UCL_d = D_2\sigma \text{ и } LCL_d = D_1\sigma,$$

а также верхней и нижней границ предупреждения

$$UCL_{np} = D_2(2)\sigma \text{ и } LCL_{np} = D_1(2)\sigma$$

используются для построения карт Шухарта, где по оси ординат откладываются значение размаха, а по оси абсцисс – номер соответствующей подгруппы наблюдений. Следует заметить, что некоторые значения коэффициентов приведены в таблицах [1] с ошибкой.

Знание теоретических предпосылок построения контрольных карт позволяет при разработке методики испытаний не только обоснованно рассчитывать параметры карт контроля, но и выбирать план его проведения.

Под планом проведения контроля подразумевается выбор контролируемых показателей, которые зависят от решаемой при этом задачи, и связанный с ними расчет предельных границ.

Как уже отмечалось, стабильность дисперсии прецизионности в испытательной лаборатории оценивается по выполнению условий повторяемости или промежуточной прецизионности. О стабильности этих характеристик, при выполнении условий испытаний, свидетельствует нахождение текущих значений размахов с вероятностью 0,997 в пределах верхней и нижней (или нулевой) линий действия. Выход значений за эти пределы свидетельствует о существенной разлаженности процесса испытаний и необходимости выявления причины нестабильности. Выход размаха за пределы предупредительных границ требует только корректировки процесса ис-

пытаний, чтобы избежать в дальнейшем существенной разлаженности.

Контроль повторяемости результатов испытания в лаборатории необходимо проводить на одном и том же оборудовании, одним и тем же оператором в разные дни, (но в одно и то же время дня). При этом используются как минимум два измерения характеристик стандартного образца, по разнице которых определяется размах. При этом должны соблюдаться требования обеспечения стабильности характеристик контрольного образца во времени. В качестве него может быть использован любой рабочий образец.

Для оценки стабильности промежуточной прецизионности, когда меняются оператор (О) и время проведения испытаний (Т), контрольные испытания можно проводить и без стандартного образца. В этом случае один из образцов, характерные свойства которого оцениваются первым оператором в одну смену, затем оцениваются вторым оператором в другую смену. При этом размахи R_i для i -й подгруппы наблюдений являются разностью этих двух результатов и несут информацию о влиянии оператора и времени. Эти значения должны находиться в пределах границ зоны действия. При этом исходят из того, что СКО промежуточной прецизионности при изменяющихся факторах «время» и «оператор» $\sigma_{(O,T)}$ известно и влияние других величин, обуславливающих условия проведения испытаний не изменяется.

Оценивание стабильности промежуточной прецизионности по данному плану возможно, если испытания проводятся без разрушения. При испытаниях с разрушением или невозможностью проводить повторные испытания с одним и тем же образцом (необратимая химическая реакция) необходимо располагать совокупностью однородных образцов (как минимум двумя для получения одного значения текущего размаха).

Отличительной чертой при построении X-карт, позволяющих оценить стабильность правильности лабораторных испытаний, является обязательное наличие стандартного образца с известным значением μ .

Оцениванию стабильности правильности предшествует или проводится параллельно оценивание стабильности показателей прецизионности, т.к. лабораторное смещение можно оценивать, лишь убедившись, что обрабатываемые данные однородны – условия испытаний не выходят за допустимые отклонения от нормы.

Если исследуется правильность результатов, полученных при рутинных лабораторных испытаниях в различных смены (меняются операторы и параметры окружающей среды), то определяются теку-

щие значения погрешностей $\hat{\delta}_j$, полученных в j -й день. Размах i -й подгруппы контрольной карты при этом оценивается как

$$R_j = |\hat{\delta}_{j+1} - \hat{\delta}_j|,$$

где $\hat{\delta}_j = y_j - \mu$ – погрешность результатов контрольных испытаний в j -й день; $\hat{\delta}_{j+1} = y_{j+1} - \mu$ – погрешность результатов испытаний, полученных в последующий ($j+1$) день.

В этом случае при построении X-карты в качестве центральной линии берется нулевая линия $M(\hat{\delta}) = 0$, по отношению к которой симметрично проводятся верхняя и нижняя границы предупреждения $k(P) = 2$ и действия $k(P) = 3$

$$UCL_{np} = k(P)\sigma_{I(o,T)},$$

$$LCL_{np} = k(P)\sigma_{I(o,T)}.$$

Дальнейшие действия и принимаемые решения по X-картам аналогичны таким же по R-картам.

Если лаборатория работает в одну смену и испытания проводятся одним и тем же оператором, оценивание стабильности правильности (лабораторного смещения) необходимо проводить на стандартном образце одновременно со стабильностью повторяемости полученных результатов.

Контрольные испытания при этом проводятся на стандартном образце несколько раз ($n \geq 2$) в одно и то же время рабочего дня.

В качестве центральной линии при построении X-карты в этом случае используется $CL = \mu$, по отношению к которой рассматриваются изменения \bar{x}_i в i -х подгруппах.

Пределы предупреждения и действия определяются как

$$UCL = \mu + k(P)\frac{\sigma_r}{\sqrt{n}}$$

$$\text{и } LCL = \mu - k(P)\frac{\sigma_r}{\sqrt{n}},$$

где σ_r – СКО повторяемости, нормированное для используемой методики.

Выводы

Таким образом, специфика построения контрольных карт для лабораторных испытаний состоит в том, что нормируется значение составляющих дисперсии прецизионности, с которым связан расчет границ действия и предупреждения.

Интервалы времени при мониторинге зависят от вида контролируемого параметра и динамики его изменения, а алгоритм проведения контроля и обработки полученных результатов зависит от характеристик процесса, которые несут информацию о его стабильности. При этом в зависимости от контролируемых составляющих точности, выбирают стандартный, контрольный или рабочий образец.

Владение методологией построения контрольных карт Шухарта позволяет обоснованно выбирать план проведения контрольных экспериментов, назначать пределы предупреждения и действия, что в конечном итоге, обеспечивает стабильность процесса испытаний на требуем уровне.

Список литературы

1. Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 6. Використання значень точності на практиці: (ISO/IEC 5725-6:1994, IDT): ДСТУ ГОСТ ІСО 5725-6:2005. – [Чинний від 2006-07-01]. – К.: Держспоживстандарт України, 2006. – 50 с. – (Національний стандарт України).
2. Статистические методы. Контрольные карты Шухарта (ISO 8258:91): ГОСТ Р 50779.42:99. – [Введ. с 2000.01.01]. – М.: ИПК Изд-во стандартов, 1999. – 32 с. – (Государственный стандарт Российской Федерации).
3. Смирнов Н.Д. Курс теории вероятности и математической статистики для технических приложений / Н.Д. Смирнов, И.В. Дунин-Барковский. – Л.: Наука. Главная ред. Физматлитературы, 1969. – 511 с.

Поступила в редколлегию 17.08.2011

Рецензент: д-р техн. наук, доцент В.Б. Кононов, Харьковский университет Воздушных Сил им. И. Кожедуба, Харьков.

ОСОБЛИВОСТІ ОЦІНЮВАННЯ СТАБІЛЬНОСТІ РЕЗУЛЬТАТІВ ЛАБОРАТОРНИХ ВИПРОБУВАНЬ

Є.Т. Володарський, Л.О. Кошева

Показані методологічні особливості вибору плану контролю, побудови та інтерпретації контрольних карт, оволодіння якими дозволить кваліфіковано оцінювати стабільність процесу лабораторних випробувань.

Ключові слова: лабораторні випробування, внутрішньолaboratorний контроль, стабільність показників, контрольні карти, правильність, прецизійність.

FEATURES OF ESTIMATING THE STABILITY OF THE LABORATORY TESTS RESULTS

E.T. Volodarskiy, L.A. Koshevaya

Showing methodological features of the choice of the control plan, construction and interpretation checklists, mastery of which will allow qualified to assess the stability of the laboratory testing process.

Keywords: alpha tests, laborinterne control, stability of indexes, cards of checks, rightness, precision.