

УДК 531.083.8 (045)

Е.Т. Володарский¹, Л.А. Кошечкина²

¹Национальный технический университет Украины «КПИ», Киев

²Национальный авиационный университет, Киев

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ПРОМЕЖУТОЧНОЙ ПРЕЦИЗИОННОСТИ ПРИ ЛАБОРАТОРНЫХ ИСПЫТАНИЯХ

Приведен анализ влияния различных факторов на дисперсию получаемых испытательными лабораториями результатов. Показано, что, используя методы математической статистики, можно отдельно оценить влияние каждого из них, при этом по-разному организуя испытания. Полученные данные по промежуточной прецизионности возможно использовать как при анализе технического состояния испытательной лаборатории, так и при оценивании ее профессионального уровня при аккредитации.

Ключевые слова: испытания, промежуточная прецизионность, дисперсионный анализ, фактор, межлабораторный эксперимент.

Введение

Испытания являются основным инструментом оценки качества продукции. Основным требованием доверия к получаемым при этом результатам является их сопоставимость независимо от места и времени проведения испытаний. Отличительной особенностью испытаний является проведение измерений выходной величины объекта при заданных (нормированных) условиях (внешних и режимных). Воспроизведение и поддержание в определенных пределах этих условий оценивается путем статистической обработки результатов измерений при испытаниях, характеристикой которых является диспер-

сия воспроизводимости σ_R^2 [1].

Воспроизводимость, как верхняя предельная оценка прецизионности, является характеристикой метода испытаний и является основой для аттестации и стандартизации его, установления пределов и оценивания совместимости результатов, получаемых различными лабораториями. Кроме показателя воспроизводимости, который определяется в условиях воспроизводимости [1] существует целый ряд промежуточных условий, характеризующихся изменением только некоторых факторов. Например, лаборатория обслуживает производственное предприятие с трехсменным режимом работы, где измерения осуществляются разными операторами на различном

оборудовании. Операторы и оборудование в этом случае – факторы, которые при неизменности других факторов, способствуют изменчивости результатов измерений, и их необходимо принимать во внимание при оценке прецизионности метода испытаний.

Промежуточные показатели прецизионности используют, прежде всего, в случаях, когда их оценка является частью программы (процедуры), разработки, стандартизации или внутрилабораторного контроля точности метода измерений. Эти показатели также могут оцениваться в специально спланированном межлабораторном эксперименте.

Цель – проанализировать возможности дисперсионного анализа для использования их при организации различного вида испытаний в лаборатории и оценки ее промежуточной прецизионности.

Основная часть

Так как при испытаниях практически невозможно составить модельное уравнение $y = f(x_1, \dots, x_n)$, позволяющее учитывать влияние входных (влияющих) величин x_i , то совместный межлабораторный эксперимент является единственным путем адекватной оценки точностных характеристик метода.

Для проведения межлабораторных испытаний осуществляется отбор лабораторий, имеющих одинаковый профессиональный уровень. Однако, в каждой из лабораторий имеет место «своя» организация испытаний, одинаковой квалификации операторы имеют свои индивидуальные особенности, используемое однотипное средство измерительной техники в составе испытательного оборудования, имеет одно из возможных значений погрешности. Все это приводит к, так называемому, лабораторному смещению B (laboratory bias) результата, характеризующимся конкретным сочетанием влияющих факторов: время, калибровка, оператор и оборудование.

В промежуточных условиях прецизионность совокупности возможных значений лабораторного смещения B° представляется в виде суммы

$$B_0 + B_{(1)}^\circ + B_{(2)}^\circ + \dots,$$

где индекс, находящийся в скобках, показывает, какое количество основных факторов изменяется при проведении эксперимента. Значение B_0 остается неизменным и характеризует влияние тех факторов, которые при проведении эксперимента остаются неизменными, т.е. промежуточные показатели прецизионности определяют в «точно определенных условиях». Таким образом, при проведении межлабораторного эксперимента имеем совокупность возможных значений лабораторного смещения B° , характеризующуюся своим законом распределения и дисперсией σ_L^2 .

Если учесть, что проведение межлабораторного эксперимента сопровождается влиянием случайных величин, которые представляются дисперсией повторяемости σ_r^2 [1], то рассеяние результатов измерения

при испытании – дисперсия воспроизводимости будет

$$\sigma_R^2 = \sigma_L^2 + \sigma_r^2.$$

Значение этой характеристики является предельным значением рассеяния результатов при использовании данного метода, учитывающая все возможные сочетания влияющих величин [1]:

– оператор (O): выполняет ли следующие одно за другим измерения один и тот же оператор или разные операторы;

– оборудование (E): используется ли при измерениях одно и то же или различное оборудование (реактивы из одних и тех же партий, либо из разных);

– время (T): является ли интервал времени между следующими одно за другим измерениями коротким или длительным;

– калибровка оборудования (C): подвергается ли нет одно и то же оборудование перекалибровке между следующими одна за другой группами измерений.

Различные промежуточные условия прецизионности являются причиной различных значений стандартных отклонений прецизионности (промежуточных стандартных отклонений). В любом случае промежуточная прецизионность будет меньше воспроизводимости, учитывающей изменение всех влияющих факторов, но больше повторяемости, обусловленной влиянием только случайных величин.

Основной предпосылкой при анализе промежуточных показателей прецизионности путем проведения межлабораторных исследований является предположение, что влияние отдельного фактора во всех лабораториях одинаково, например, смена оператора в одной лаборатории имеет тот же эффект, что и в других. Поэтому перед проведением анализа в обязательном порядке необходимо применять статистические критерии, подтверждающие выполнение этих предпосылок. Таким образом, при формировании промежуточных условий прецизионности происходит варьирование одним или несколькими факторами, влияние которых изучается, а остальные факторы остаются неизменными.

Эффективным инструментом при определении промежуточных показателей прецизионности [3] являются *эксперименты вложенного типа*, которые позволяют одновременно при проведении межлабораторного эксперимента оценить не только стандартные отклонения повторяемости и воспроизводимости, но и одно и более стандартных отклонений промежуточной прецизионности. Вложенные эксперименты базируются на иерархической структуре, отдельные уровни которой соответствуют введению различных влияющих факторов. При этом факторы разделяются таким образом, чтобы те, которые в большей степени испытывают влияние систематических эффектов, располагались на более высоких рангах (0,1,...). Самым низким рангом в этом случае будет фактор, который характеризует суммарное влияние случайных величин и проявляется при многократных измерениях ($n \geq 2$) в условиях повторяемости.

Анализ вложенных экспериментов осуществляется с использованием аппарата анализа дисперсий (ANOVA) [4].

При проведении данного эксперимента каждому уровню (рангу) конкретного условия выполнения эксперимента соответствуют одни и те же условия на следующем уровне. Анализ дисперсий необходимо проводить в отдельности для каждого уровня испытаний. Следует заметить, что если установлено, что некоторые результаты являются выбросами или квазивыбросами, то следует исключить также все другие данные, полученные этой лабораторией на уровнях, где имеются исключаемые квазивыбросы и выбросы.

Рассмотрим ситуацию, когда лаборатория проводит рутинные испытания, входящие составной частью в технологический цикл, и работает в три смены на одном и том же оборудовании. Здесь часть вышеперечисленных факторов остаются неизменными, а влияющими факторами будут различия в квалификации операторов и параметрах окружающей среды (ус-

ловий испытаний), опосредованно представляемые различным временем проведения экспериментов. При этом реализуется четырехфакторный полностью вложенный эксперимент, где в качестве изменяющихся факторов исследуются «время» и «оператор», а также случайные величины. На рис. 1 представлена схема проведения такого эксперимента, где в качестве нулевого уровня принимается фактор «организация испытаний в лаборатории»; первым уровнем является фактор «условия проведения эксперимента». Этот фактор может изменяться в разные дни его проведения. Вторым уровнем – «квалификация операторов». Четвертому уровню соответствует фактор «случайные величины».

Массив данных представляет собой количество результатов экспериментов y_{ijkl} – текущий l -й результат, полученный в i -й лаборатории в j -й день k -м оператором.



Рис. 1. Схема четырехфакторного полностью вложенного эксперимента

На основании имеющихся данных эксперимента можно вычислить:

– среднее значение результатов, полученных k -м оператором в j -й день в i -й лаборатории

$$\bar{y}_{ijk} = (y_{ijk1} + y_{ijk2}) / 2;$$

– среднее значения результатов, полученных обоими операторами в j -й день в i -й лаборатории

$$\bar{y}_{ij} = (\bar{y}_{ij1} + \bar{y}_{ij2}) / 2;$$

– среднее значение результатов, полученных в i -ой лаборатории при проведении эксперимента

$$\bar{y}_i = (\bar{y}_{i1} + \bar{y}_{i2}) / 2;$$

– генеральное среднее, полученное от всех лабораторий

$$\bar{y} = \sum_i \bar{y}_i / N.$$

Для проведения дисперсионного анализа рассмотрим полную сумму квадратов отклонений результатов y_{ijkl} , полученных при межлабораторном совместном эксперименте, от генерального среднего

$$Q = \sum_i \sum_j \sum_k \sum_l (y_{ijkl} - \bar{y})^2,$$

которую можно представить в виде отдельных составляющих (слагаемых), учитывающих влияние

– только случайных величин

$$Q_e = \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^2 \sum_{k=1}^2 \sum_{l=1}^2 (y_{ijkl} - \bar{y}_{ijk})^2 = \frac{1}{2} \sum_i \sum_j \sum_k (y_{ijk1} - y_{ijk2})^2; \quad (7)$$

– случайных величин и оператора

$$Q_2 = \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^2 \sum_{k=1}^2 \sum_{l=1}^2 (\bar{y}_{ijk} - \bar{y}_{ij})^2 = 2 \sum_i \sum_j \sum_k (\bar{y}_{ijk} - \bar{y}_{ij})^2; \quad (8)$$

– случайных величин, оператора и дня проведения эксперимента

$$Q_1 = \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^2 \sum_{k=1}^2 \sum_{l=1}^2 (\bar{y}_{ij} - \bar{y}_i)^2 = 4 \sum_i \sum_j (\bar{y}_{ij} - \bar{y}_i)^2; \quad (9)$$

– случайных величин, оператора, дня проведения эксперимента и организации испытаний в лаборатории

$$Q_0 = \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^2 \sum_{k=1}^2 \sum_{l=1}^2 (\bar{y}_i - \bar{y})^2 = 8 \sum_{i=1}^N y_i^2 - 8N\bar{y}^2 \quad (10)$$

Числа степеней свободы для представленных выше сумм квадратов отклонений соответственно равны $v_e = 4N$; $v_2 = 2N$; $v_1 = N$; $v_0 = N - 1$.

Взяв отношение выражений (7)... (10) к соответствующему числу степеней свободы, получим средние квадраты отклонений \bar{Q}_0 ; \bar{Q}_1 ; \bar{Q}_2 ; \bar{Q}_e , исходя из которых получаем выражения для математических ожиданий отклонений соответствующих групп экспериментальных данных

$$M(\bar{Q}_e) = \sigma_r^2; \quad M(\bar{Q}_2) = \sigma_r^2 + 2\sigma_{(2)}^2;$$

$$M(\bar{Q}_1) = \sigma_r^2 + 2\sigma_{(2)}^2 + 4\sigma_{(1)}^2;$$

$$M(\bar{Q}_0) = \sigma_r^2 + 2\sigma_{(2)}^2 + 4\sigma_{(1)}^2 + 8\sigma_{(0)}^2,$$

откуда, находятся несмещенные оценки:

$$s_{(0)}^2 = \frac{1}{8}(\bar{Q}_0 - \bar{Q}_1); \quad s_{(1)}^2 = \frac{1}{4}(\bar{Q}_1 - \bar{Q}_2);$$

$$s_{(2)}^2 = \frac{1}{2}(\bar{Q}_2 - \bar{Q}_e); \quad s_r^2 = \bar{Q}_e.$$

Данные соотношения позволяют окончательно установить несмещенные оценки дисперсий

– повторяемости s_r^2 ;

– промежуточной прецизионности с одним изменяющимся фактором – оператором

$$s_{I(O)}^2 = s_r^2 + s_{(2)}^2;$$

– промежуточной прецизионности с двумя изменяющимися факторами – оператор и время (день)

$$s_{I(O,T)}^2 = s_r^2 + s_{(2)}^2 + s_{(1)}^2;$$

– воспроизводимости

$$s_R^2 = s_r^2 + s_{(2)}^2 + s_{(1)}^2 + s_{(0)}^2,$$

где $s_{(0)}^2$ – оценка межлабораторной дисперсии B_0 в условиях промежуточной прецизионности. При необходимости существенность влияния изучаемых факторов, в рассматриваемом случае – операторов и времени, может быть оценена с применением критерия Фишера по отношению к наименьшей норме прецизионности – оценке дисперсии повторяемости s_r^2 .

Как следует из проведенного анализа, при полностью вложенном эксперименте количество опытов (экспериментальных данных), которые должна проводить каждая из лабораторий, равняется 2^{n-1} .

Поэтому даже при $n = 3$ -факторном эксперименте не всегда удастся в короткие промежутки времени провести это количество опытов. В этом случае целесообразно применять, так называемые, ступенчато-вложенные эксперименты (рис. 2.), хотя они и требуют более сложного анализа.

В ступенчато-вложенных экспериментах наращивание опытов в каждой лаборатории начинается с

двух измерений, проводимых в условиях повторяемости. Для рассматриваемого примера такими условиями будет проведение двух опытов одним оператором в один и тот же день и полученные при этом результаты будут y_{i1} и y_{i2} . Затем этот же оператор проводит еще один опыт, но в другой день, т.е. результат y_{i3} получен при изменении условия «время». При такой организации эксперимента, в отличие от организации полностью вложенного эксперимента, второй оператор проводит только один опыт и получает результат y_{i4} . Таким образом, результаты y_{i3} и y_{i4} , получены при другом условии промежуточной прецизионности – опыты проводились в один день, но разными операторами.



Рис. 2. Схема ступенчато-вложенного эксперимента

На основании полученных в i -й лаборатории данных можно вычислить:

– среднее значение, полученное оператором в первый день в условиях повторяемости

$$\bar{y}_{i(1)} = (y_{i1} + y_{i2})/2;$$

– среднее значение, полученное первым оператором за два дня в промежуточных условиях по фактору «время»

$$\bar{y}_{i(2)} = (y_{i1} + y_{i2} + y_{i3})/3;$$

– среднее значение результатов, полученных в i -й лаборатории при проведении эксперимента в промежуточных условиях по факторам «оператор + время»

$$\bar{y}_{i(3)} = (y_{i1} + y_{i2} + y_{i3} + y_{i4})/4;$$

– генеральное среднее, результатов, полученных всеми лабораториями $i = \overline{1, N}$, участвующими в эксперименте

$$\bar{y} = \sum_i \bar{y}_i / N.$$

На основании полученных средних значений можно вычислить суммарный квадрат отклонения результатов y_{ij} , $j = \overline{1, n}$ от генерального среднего

$$Q = \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^n (y_{ij} - \bar{y})^2,$$

который можно представить в виде суммы слагаемых, центром рассеяния в которых являются соответствующие средние, учитывающие влияние:

– только случайных величин (в условиях повторяемости)

$$Q_e = \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^2 (y_{ij} - y_{i(1)})^2 = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^N (y_{i1} - y_{i2})^2 ;$$

– случайных величин и времени (в рассматриваемом случае – дня проведения эксперимента)

$$Q_2 = \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^3 (\bar{y}_{i(1)} - \bar{y}_{i(2)})^2 = \frac{1}{3} \sum_{i=1}^N (\bar{y}_{i(1)} - y_{i3})^2 ;$$

– случайных величин, дня проведения экспериментов и оператора, их проводящего

$$Q_1 = \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^3 (\bar{y}_{i(2)} - \bar{y}_{i(3)})^2 = \frac{1}{4} \sum_{i=1}^N (\bar{y}_{i(1)} - y_{i4})^2 ;$$

– случайных величин, дня, оператора и органи-

зации испытаний в лаборатории

$$Q_0 = \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^4 (\bar{y}_{i(3)} - \bar{y})^2 = 4 \sum_{i=1}^N (\bar{y}_{i(3)})^2 - 4N\bar{y}^2 .$$

В табл. 1 приведены результаты анализа четырехфакторного ступенчато вложенного эксперимента. Исходя из выражений, приведенных в таблице, можно найти несмещенные оценки $s_{(0)}^2$; $s_{(1)}^2$; $s_{(2)}^2$ и s_r^2 , которые отвечают соответствующим дисперсиям, а затем оценки искомым дисперсий:

Таблица 1

Результаты анализа четырехфакторного ступенчато вложенного эксперимента

Уровень – влияющая величина, m	Сумма квадратов отклонений, Q_m	Число степеней свободы, ν_m	Средний квадрат отклонений, \bar{Q}_m	Ожидаемый средний квадрат, $M(\bar{Q}_m)$
0 – лаборатория	$4 \sum_{i=1}^N \bar{y}_{i(3)}^2 - 4N\bar{y}^2$	$N - 1$	$\frac{Q_0}{N - 1}$	$\sigma_r^2 + \frac{3}{2}\sigma_{(2)}^2 + \frac{5}{2}\sigma_{(1)}^2 + 4\sigma_{(0)}^2$
1 – оператор	$\frac{3}{4} \sum_{i=1}^N (\bar{y}_{i(2)} - y_{i4})^2$	N	$\frac{Q_1}{N}$	$\sigma_r^2 + \frac{7}{6}\sigma_{(2)}^2 + \frac{3}{2}\sigma_{(1)}^2$
2 – время	$\frac{2}{3} \sum_{i=1}^N (\bar{y}_{i(1)} - y_{i(3)})^2$	N	$\frac{Q_2}{N}$	$\sigma_r^2 + \frac{4}{3}\sigma_{(2)}^2$
3 – случайные величины	$\frac{1}{2} \sum_{i=1}^N (\bar{y}_{i1} - y_{i2})^2$	N	$\frac{Q_e}{N}$	σ_r^2

– повторяемости s_r^2 ;

– промежуточной прецизионности с изменяющимся фактором – день

$$s_{I(T)}^2 = s_r^2 + s_{(2)}^2 ;$$

– промежуточной прецизионности с двумя изменяющимися факторами: оператор и день

$$s_{I(O,T)}^2 = s_r^2 + s_{(2)}^2 + s_{(1)}^2 ;$$

– воспроизводимости

$$s_R^2 = s_r^2 + s_{(2)}^2 + s_{(1)}^2 + s_{(0)}^2 ,$$

где $s_{(0)}^2$ – оценка межлабораторной дисперсии в условиях промежуточной прецизионности при двух изменяющихся факторах.

Выводы

1. Промежуточные показатели прецизионности позволяют оценить способность метода к повторению результатов в точно определенных условиях.

2. Как показал проведенный анализ, существует определенная методология, позволяющая оценить промежуточную прецизионность и при большем количестве влияющих факторов. Однако данная задача представляет интерес больше с математической стороны ее решения, а не прикладной, так как редко встре-

чается задача с более чем двумя факторами из четырех основных, которые могут отклоняться при реализации стандартной методики испытаний. Практически, если такая ситуация и встречается, необходимо принимать решение о несоответствии профессионального уровня лаборатории [5] выдвигаемым методом испытаний требованиям и предложить ей улучшить организацию и структуру проведения испытаний.

Список литературы

1. ДСТУ ГОСТ ISO 5725-1:2005. Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 1. Основні положення та визначення.
2. ISO/TS 21748:2004. Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation.
3. ДСТУ ГОСТ ISO 5725-3:2005. Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 3. Проміжні показники прецизійності стандартного методу вимірювання.
4. Шеффе Г. Дисперсионный анализ / Г. Шеффе. – М.: Физматгиз, 1963. – 625 с.
5. ДСТУ ISO/IEC 17025:2006. Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій.

Поступила в редколлегию 11.09.2009

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

ВИЗНАЧЕННЯ ПОКАЗНИКІВ ПРОМІЖНОЇ ПРЕЦИЗІЙНОСТІ ПРИ ПРОВЕДЕННІ МІЖЛАБОРАТОРНИХ ВИПРОБУВАНЬ

Є.Т. Володарський, Л.О. Кошева

Наведено аналіз впливу різних чинників на дисперсію отриманих випробувальною лабораторією результатів. Показано, що використовуючи методи математичної статистики, можна окремо оцінити вплив кожного з них, при чо-

му, по-різному організовуючи випробування. Отримані дані з проміжної прецизійності можливо використовувати як при аналізі технічного стану випробувальної лабораторії, так і при оцінюванні її професійного рівня при акредитації.

Ключові слова: *випробування, проміжна прецизійність, дисперсійний аналіз, чинник, міжлабораторний експеримент.*

DETERMINATION OF INTERMEDIATE PRECISION DURING THE ROUND LABORATORY TEST

E.T. Volodarskiy, L.O. Kosheva

An analysis of the influence of various factors on the variance of the resulting test laboratory results. It is shown that by using the methods of mathematical statistics, we can separately evaluate the effect of each of them, with different organizing tests. The data on intermediate precision may be used in the analysis of the technical state of the testing laboratory, and in estimating its accreditation at the professional level.

Keywords: *tests, intermediate precision, analysis of variance, factor, interlaboratory experiment.*