

УДК 616.07:519.248(045)

Е.Т. Володарский<sup>1</sup>, Л.А. Кошевая<sup>2</sup><sup>1</sup>Национальный технический университет Украины «КПИ», Киев<sup>2</sup>Национальный 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)  $\sigma$  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 рассеянию (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  $\sigma$  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  $\sigma$  и  $R$  [3]:

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

где  $\alpha_n$  – 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),  $\alpha_n$  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  $\sigma$  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  $\alpha_n$  [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  $\beta_n$ , 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  $\mu$ .

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  $\sigma_r$  – 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 требуемом 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

С.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

Е.Т. 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.