

ПРИЛАДИ І МЕТОДИ КОНТРОЛЮ ТА ВИЗНАЧЕННЯ СКЛАДУ РЕЧОВИНИ

УДК 616. 07:519.248(045)

Е. Т. ВОЛОДАРСКИЙ, Л. А. КОШЕВАЯ, Н. А. РЕКОВЕЦ

Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут», Київ

ВНУТРИЛАБОРАТОРНЫЙ КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА. СОВРЕМЕННЫЕ ПОДХОДЫ

Анотация: Розглянуто сучасні підходи проведення внутрішньолабораторного контролю якості лабораторних випробувань, який складається з оперативного контролю та контролю стабільності результатів у часі. При оперативному контролі перевіряються показники повторюваності і проміжної прецизійності, перебування яких в межах критичного діапазону свідчить про підтримку умов проведення випробувань на належному рівні. При проведенні контролю стабільності можливе вироблення попереджувальних критеріїв, спрямованих на завчасне виявлення розлагодженості випробувального процесу.

Ключові слова: Випробування, умови випробувань, контроль якості, повторюваність, проміжна прецизійність, критичний діапазон.

Аннотация: Рассмотрены современные подходы проведения внутрилабораторного контроля качества лабораторных испытаний, который включает в себя оперативный контроль и контроль стабильности результатов во времени. При оперативном контроле проверяются показатели повторяемости и промежуточной прецизионности, нахождение которых в пределах критического диапазона свидетельствует о поддержании условий проведения испытаний на должном уровне. При проведении контроля стабильности возможна выработка предупредительных критериев, направленных на раннее выявление разлаженности испытательного процесса.

Ключевые слова: Испытания, условия испытаний, контроль качества, повторяемость, промежуточная прецизионность, критический диапазон.

Введение

В настоящее время развиваются интеграционные процессы в экономике, на рынке одновременно присутствуют интересы производителя и потребителя, что выдвигает повышенные требования к качеству продукции, проверка которого осуществляется в испытательных, в том числе сертификационных лабораториях.

Лаборатории в соответствии с [1] должны быть способны оценить качество своих результатов, сопоставить их с ожиданиями заказчика, создать условия для обеспечения их сопоставимости и взаимного признания независимо от места и времени проведения испытаний, а также выработать комплекс мер по достижению и поддержанию их качества испытаний на требуемом уровне.

Постановка проблемы

Взаимное признание результатов испытаний может основываться только на объективной оценке и достоверности подтверждения технической компетентности лабораторий. При этом в первую очередь должно проводиться достоверное оценивание качества испытания самой лабораторией, то есть должен осуществляться внутренний контроль, при котором контролируются условия проведения испытаний, что обеспечивает приемлемость их результатов.

Цель

Показать современные подходы в осуществлении различных видов внутрилабораторного контроля качества, обеспечивающие достижение и поддержание качества испытаний на требуемом уровне.

Основная часть

Внутрилабораторный контроль как элемент системы обеспечения единства результатов испытаний. Внутренний контроль качества (ВКК) результатов испытаний проводится для подтверждения стабильной работы лаборатории и служит для оценки лабораторной составляющей погрешности. Оценка качества испытаний в лаборатории при реализации стандартной методики должна выполняться на основе показателей качества этой методики, полученных в результате проведения межлабораторного совместного эксперимента.

Знание правильности и прецизионности методики испытаний позволяет оценивать и контролировать лабораторные смещение и повторяемость результатов, а также типичные для лаборатории показатели промежуточной прецизионности в течение длительного периода времени.

Традиционно считалось, что если испытания выполнялись в соответствии с методикой, работа лаборатории считалась удовлетворительной, и результатам испытаний приписывалась погрешность, указанная в методике, независимо от реальных метрологических характеристик результата, полученного в данной лаборатории.

В настоящее время необходимость оценивать и контролировать правильность и прецизионность выполняемых измерений не только на верхнем и нижнем (для прецизионности – воспроизводимости и повторяемости), но и на промежуточных уровнях влекут пересмотр методологии контроля.

Так, меняются алгоритмы оценивания составляющих смещения результата: признается возможность появления достоверных смещений, свойственных конкретной лаборатории, а не только методике.

Внутрилабораторный контроль можно рассматривать как элемент системы обеспечения единства результатов испытаний (рис.1), при котором осуществляется как предупредительный (предварительный) контроль, так и контроль приемлемости результатов.

Предупредительный контроль направлен на предотвращение выдачи недостоверных результатов и носит, как правило, организационный характер. При этом проводится проверка, как например, при химическом анализе:

- своевременности проведения калибровки (поверки) средств измерительной техники;
- соблюдения правил хранения и сроков годности стандартных образцов;
- соблюдения условий и сроков хранения реактивов, материалов, растворов;
- контроля стабильности градуировочной характеристики;
- соблюдения условий и правил отбора проб, их доставки и хранения и т.п.

Систематически проводимый предварительный внутренний контроль обеспечивает выполнение всех необходимых мероприятий и правил, заложенных в «Руководстве по качеству», носит, как правило, организационный характер и подробное рассмотрение его не является целью данной статьи.



Рисунок 1 – Внутрилабораторный контроль как элемент системы обеспечения результатов испытаний

Контроль приемлемости полученных лабораторией результатов может осуществляться, как правило, в двух видах: оперативный и статистический контроль.

Результаты внутреннего статистического контроля свидетельствуют о качестве процесса испытания за некоторый промежуток времени. Анализ этих результатов позволяет вводить корректирующие действия при выявлении разлаженности процесса. Однако с точки зрения заказчика (потребителя) может сложиться такая ситуация, что он получит некачественную продукцию, т.к. при внутреннем статистическом контроле оценка состояния процесса испытаний вырабатывается через некоторое время после испытания, когда результаты уже переданы заказчику. Для предотвращения такой ситуации необходимо осуществлять оперативный контроль, который заключается в проверке расхождения полученных результатов в отношении допустимых норм непосредственно при проведении эксперимента.

Для применения процедуры оценивания приемлемости результатов необходимо проведение, по меньшей мере, двух наблюдений с последующим статистическим анализом полученного результата по отношению к установленному в методике значению повторяемости, и принятие решения о возможности его дальнейшего использования. В качестве меры возможного расхождения между полученными в лаборатории значениями при условии влияния только случайных величин, используется критический диапазон CD , в который с выбранной вероятностью в предположении нормальности генерального распределения попадут n результатов из этой совокупности [2]. Эта мера связана с ранее установленным

и нормированным значением СКО повторяемости σ_r , в основу расчета которой положена дисперсия разности n независимых величин с предполагаемым одинаковым законом распределения.

При проверке приемлемости результатов считается, если расхождение по абсолютному значению не превышает соответствующий критический диапазон, то результаты измерений получены в условиях повторяемости, являются приемлемыми, и за конечный результат принимается их среднее значение. Если абсолютное значение расхождения результатов превышает критический диапазон, т.е. условия приемлемости не выполняются, то все результаты, которые привели к такому расхождению, должны быть проанализированы для принятия соответствующего решения: или они должны быть изъяты, или испытание необходимо повторить или дополнить.

Таким образом, решить вопрос приемлемости результатов позволяют найденные для каждого конкретного случая границы CD , которых не должны превышать полученные результаты с некоторой вероятностью (чаще всего 0,95).

Оперативный контроль проводится как для проверки условий повторяемости, так и промежуточных условий.

Оперативный контроль в условиях повторяемости заключается в проверке расхождения двух или больше результатов, получаемых в лаборатории в условиях повторяемости, относительно допустимых норм непосредственно при проведении эксперимента. При этом разница $|y_{\min} - y_{\max}|$ сравнивается с критическим диапазоном для n наблюдений

$$CD_{0,95} = f(n)\sigma_r,$$

где $f(n)$ – коэффициент критического диапазона, который представляет собой 95% - квантиль распределения $|y_{\min} - y_{\max}|/\sigma_r$ для выборки из n значений нормального распределения величин со стандартным отклонением σ_r .

При $n = 2$

$$CD_{0,95} = 1,96\sqrt{2\sigma_r^2} = 2,8\sigma_r.$$

Оперативный контроль в условиях промежуточной прецизионности. Оперативный контроль является эффективным средством установления приемлемости результатов, когда испытания проводятся и в условиях промежуточной прецизионности, т.е. при изменяющихся факторах, например «день» и/или «оператор».

Определение приемлемости результатов в этом случае осуществляется путем оценивания допустимости расхождения средних значений \bar{y}_1 и \bar{y}_2 , полученных в двух группах испытаний в условиях промежуточной прецизионности на основании результатов наблюдений n_1 и n_2 соответственно. При этом необходимо установить меру возможного расхождения между средними значениями, обусловленную лишь влиянием случайных величин и ограниченными объемами выборок n_1 и n_2 .

Критический диапазон для оценивания приемлемости результатов в этом случае определяется следующим образом:

$$CD_{\bar{y}_1 - \bar{y}_2} = 2,8\sigma_{I(\cdot)}\sqrt{\frac{1}{2n_1} + \frac{1}{2n_2}}$$

или при $n_1 = n_2$

$$CD_{0,95} = 2,8\sigma_{I(\cdot)}/\sqrt{n},$$

где $\sigma_{I(\cdot)}$ – СКО промежуточной прецизионности результатов, полученных например, разными операторами или при разных сменах работы.

Если разность между средними значениями двух групп наблюдений не превышает значения $CD_{\bar{y}_1 - \bar{y}_2}$, то процесс проведения испытаний находится в пределах норм.

В случае получения неприемлемых результатов осуществляются корректирующие действия по наладке испытательного процесса.

Контроль стабильности результатов. Для лаборатории важно оценить качество результатов испытаний на протяжении продолжительного времени. Контроль стабильности результатов проводят с целью подтверждения лабораторией компетентности в обеспечении качества испытаний и оценки ее деятельности в целом. Основой накопления статистических данных, т.е. базой для контроля стабильности результатов испытаний во времени являются результаты, полученные при оперативном контроле.

Поскольку процедура контроля охватывает довольно продолжительный период времени, то может иметь место смена оператора, замена оборудования или его перекалибровка, а само время проведения является косвенным влияющим фактором, который может привести к невыполнению условий повторяемости, поэтому при контроле стабильности следует также проверять и соблюдение условий промежуточной прецизионности.

При оценке стабильности результатов испытаний необходимо оценивать как их прецизионность, так и правильность и поддерживать эти показатели на требуемых уровнях в течение длительного периода времени.

Основой контроля стабильности результатов являются контрольные карты [3,4], которые представляют собой графический способ отображения и контроля показателей точности результатов испытаний, широко используемые и испытанные практикой статистического контроля качества технологических процессов. Контрольные карты дают возможность наглядно и оперативно оценивать состояние испытательного процесса, облегчают анализ и интерпретацию результатов.

Контроль стабильности результатов проводится на основе серии контрольных процедур. Количество наблюдений при этом целесообразно устанавливать, исходя из соотношения скорости возможных изменений статистических характеристик результатов измерений (дрейфов) и общей погрешности испытаний таким образом, чтобы этими изменениями можно было бы сознательно пренебречь.

Контрольные карты применяются для определения отличий наблюдаемых значений для нескольких подгрупп из n наблюдений от соответствующих стандартных значений, например μ , на значение большее, чем можно ожидать при действии только случайных величин. В основе контрольных карт лежит идея Шухарта о разделении наблюдений на подгруппы, внутри которых допускаются вариации, обусловленные только случайными причинами, в то время как различие между этими подгруппами могут быть обусловлены особыми причинами, которые и должны выявить контрольные карты. Для контроля правильности лабораторией могут быть использованы контрольные образцы с «принятым опорным значением» только в случае стабильности их характеристик во времени. Если параметры (характеристики) объекта испытаний являются нестабильными во времени, то лаборатория может ограничиться контролем характеристики случайной погрешности

Использование контрольных карт по их традиционному назначению позволяет оценить качество работы испытательной лаборатории на протяжении продолжительного периода времени. Однако, как показал анализ, существует возможность, контролируя ход испытательного процесса по контрольным картам, выработать ряд критериев, которые позволяют выявить тенденции разлаженности процесса испытания, не дожидаясь выхода параметров за допустимые пределы.

Формирование предупредительных критериев. Обычно для выявления разлаженности процесса испытаний, обусловленного внутрилабораторным смещением, оценивают по \bar{X} - карте отклонения текущих средних от генерального среднего, вычисленного на основании наблюдений за длительный период.

При построении контрольной карты предполагается, что изменение \bar{X} в процессе мониторинга правильности лабораторных результатов обусловлено влиянием случайных факторов, и выход значений за пределы $\pm 3\sigma$ является маловероятным событием, что является свидетельством наличия систематического воздействия, приводящего к разлаженности процесса испытаний. Такому событию соответствует вероятность 0,003 [4]. Данную ситуацию можно отнести к «критическому» признаку, который свидетельствует о нарушении условий проведения испытаний.

На рис.2 отображена вероятность попадания результатов в зоны А ($\pm 3\sigma$), В ($\pm 2\sigma$), С ($\pm \sigma$), характеризующая взаимосвязь между σ и количеством наблюдений n .

Признаком влияния только случайных величин является попадание результатов средних значений подгрупп во все допустимые зоны А, В и С карты Шухарта, а проявлением систематического воздействия является нахождение последовательности определенного количества точек на карте в одной из зон или области, включающей только определенные зоны, хотя при этом и имеет место проявление случайности. Это предположение и положено в основу рассматриваемого подхода, позволяющего теоретически обосновать тенденцию разлаженности процесса испытаний в лаборатории. Исходя из практического опыта в [3,4] рекомендуется обратить внимание на «...любую необычную структуру точек, которая может указывать на проявление особых (неслучайных) причин».

Таким образом, некоторая последовательность точек на контрольной карте, которые находятся в пределах предупреждения или действия, вероятность появления которых будет меньше 0,003, можно рассматривать как проявление совместного влияния случайных и систематических причин.

Именно это свойство может быть положено в основу создания ряда правил предупредительных критериев, позволяющих корректировать процедуру испытания в лаборатории, не дожидаясь, когда процесс разладится, и результаты будут попадать за контрольные пределы. При этом при выполнении условий повторяемости принимаются следующие допущения.

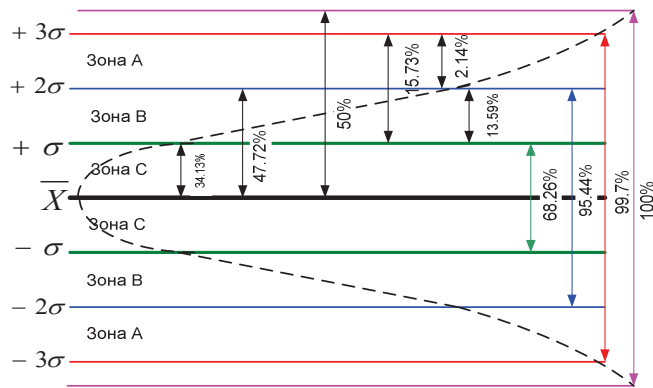


Рисунок 2 - Контрольная карта с учетом правила 3-х сигм

1. Процесс находится в нормальном состоянии (центральная линия проведена через значение, равное среднему контролируемой характеристики генеральной совокупности параметра исследуемого объекта).

2. Значения следующих друг за другом выборок независимы (т.е. отсутствует автокорреляция).

3. Выборочные значения контролируемой характеристики распределены по нормальному закону.

Исходным является определение вероятности попадания нормально распределенной случайной величины в зоны А, В, С (рис.2) в соответствии с правилом умножения вероятностей независимых событий

$$P(A_1 A_2 \dots A_s) = P\left(\prod_{i=1}^s A_i\right) = \prod_{i=1}^s P(A_i) \quad (1)$$

В результате проведенного анализа установлены критерии, в соответствии с которыми может быть найдена вероятность появления нескольких независимых следующих друг за другом значений в той или иной области контрольной карты, что может свидетельствовать о тенденции разлаженности лабораторного процесса. Например, если исходить из того, что средние значения последовательных подгрупп – независимые случайные величины, что в действительности имеет место при испытании, то вероятность попадания результата для любой подгруппы выше или ниже центральной линии в любую из зон А, В, С равна 0,5 (рис.2). Вероятность того, что два следующих друг за другом выборочных значения окажутся выше центральной линии, будет равна $0,5 \times 0,5 = 0,25$. Остается выяснить, какому минимальному количеству последовательных результатов, расположенных подряд с одной стороны центральной линии контрольной карты, соответствует вероятность 0,003, т.е. вероятность того, что отдельное выборочное значение не попадет в интервал, ограниченный контрольными пределами в 3σ . Оказывается, что этому условию будет отвечать последовательность из девяти точек. Данная ситуация отражена на графике, представленном на рис.3. Вероятность того, что выборочные средние девяти последующих выборок (или серия из 9 точек контрольной карты) окажется с одной стороны от центральной линии, с учетом уравнения (1), составит 0.00195.

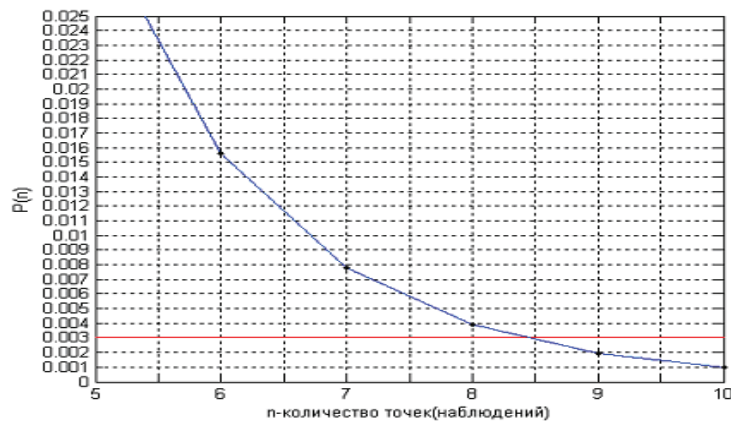


Рисунок 3 - Вероятность, что n точек подряд будут находиться по одну сторону от \bar{X} (в зонах А, В, С)

Если этот критерий выполняется (т.е. если на контрольной карте обнаружено такое расположение точек), то делается вывод о возможном изменении среднего значения процесса в целом.

Именно это свойство может быть положено в основу создания ряда предупредительных критериев, которые позволяют корректировать организацию процедуры испытания в лаборатории, не ожидая, когда процесс испытаний разладится, и результаты будут попадать за контрольные границы.

Например, если 6 точек подряд находятся в зоне С, то это считается критическим признаком и при проведении лабораторных испытаний можно сделать вывод, что были нарушены условия их проведения. Отображение данного критерия на контрольной карте будет иметь вид, представленный на рис.4.



Рисунок 4 - Один из критериев разлаженности испытательного процесса

Аналогично рассуждая, для возможных последовательностей точек, находящихся в соответствующих зонах контрольной карты, с некоторой вероятностью, можно определить множество предупредительных критериев, когда имеет место разлаженность процесса испытания, но результаты еще не выходят за пределы предупреждения или действия.

На рис. 5 представлены критерии обнаружения предупредительных (тревожных) признаков и признаков действия. Казалось бы, что нахождение результатов во вполне «благополучной» зоне С не может вызывать беспокойства, однако, проведя исследование вероятности наступления «тревожного» признака, было выявлено, что 15 результатов, находящихся в этой зоне соответствуют вероятности 0,00327 появления тревожного признака, т.е. в скором времени процесс может выйти из состояния статистической управляемости, поэтому рекомендуется выявить причины и пересчитать контрольные границы. Но если на карте проявляется ситуация, когда в эту зону попадут 16 точек, вероятность проявления такого события будет равна 0,0023, то данный критерий должен быть отнесен к «критическим». Выполнение этого критерия будет свидетельствовать о возможном выходе испытательного процесса за рамки стабильности, так как начинает сказываться наблюдаемая непрогнозируемая «систематика» в проведении испытательного процесса.

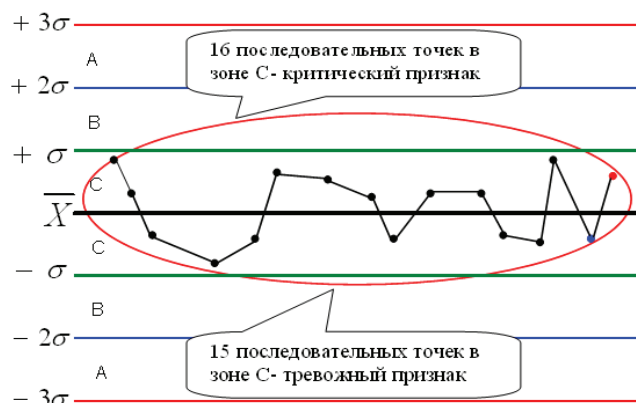


Рисунок 5 - Вероятность появления предупредительного признака и признака действия

Появление предупредительных признаков свидетельствует о том, что результат может выйти из-под контроля. В этом случае следует провести поиск причин, устранить их (проверить работу средств измерительной техники, качество калиброванных или стандартных растворов, качество реактивов и

сроки их хранения; возможно, появились субъективные погрешности). При наличии признаков действия результаты испытаний ставятся под сомнение (процесс вышел из-под контроля), и до исправления недостатков они не должны выдаваться потребителю.

Таким образом, рассмотренный подход и полученные критерии выявления тенденции разлаженности процесса лабораторных испытаний в зависимости от зоны расположения последовательности точек на контрольной карте могут быть положены в основу последовательного анализа «критических» или «тревожных» ситуаций при проведении испытаний и принятия решения.

Выводы

В настоящее время пересматривается методология контроля результатов лабораторных испытаний, которая основана на статистическом подходе и предполагает оценивание и контролирование приемлемости выполняемых измерений не только в условиях повторяемости, но и в условиях промежуточной прецизионности. Оценивание приемлемости результатов осуществляется как в оперативных условиях, так и в течение длительного времени. Решить вопрос приемлемости результатов в оперативных условиях позволяют найденные для каждого конкретного случая границы CD , которых не должны превышать полученные результаты с некоторой вероятностью. При оценивании стабильности испытательного процесса возможно раннее выявление тенденции его разлаженности в соответствии с теоретически обоснованным подходом по критериям, основанным на анализе расположения последовательности точек контрольной карты.

Данное направление исследований является перспективным и требует дальнейшей детальной разработки с формализацией полученных результатов в виде алгоритмов последовательного адаптивного принятия решения

Список использованной литературы

1. ДСТУ ISO/IEC 17025:2006. Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій. Чинний від 01.01.2006.– К.: Держспоживстандарт України, 2006. – 32 с.
2. ДСТУ ГОСТ ISO 5725-6:2005. Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 1. Використання значень точності на практиці. Чинний з 01.07.2006.
3. Мердок Дж. Контрольные карты / Дж. Мердок.– М.: Финансы и статистика, 1986. – 150 с.
4. ISO 8258:91. Контрольные карты Шухарта.
5. Смирнов Н.Д., Дунин-Барковский И.В. Курс теории вероятности и математической статистики для технических приложений.– Л.: Наука, 1969. – 511 с.

Сведения об авторах

Володарский Евгений Тимофеевич, д.т.н., профессор кафедры автоматизации экспериментальных исследований, Национальный технический университет Украины «Киевский политехнический институт», просп. Победы, 37, Киев 03056, Украина, тел/факс (044) 4549800, e-mail: vet_1@voliacable.com

Кошева Лариса Александровна, к.т.н., доцент кафедры биокриобиологии и аэрокосмической медицины, Национальный авиационный университет, просп. Космонавта Комарова, 1, Киев, 03056, Украина, тел/факс (044)4067442, e-mail: arnis@ukrpost.net

Рековец Наталья Алексеевна, аспирант кафедры автоматизации экспериментальных исследований, Национальный технический университет Украины «Киевский политехнический институт», просп. Победы, 37, Киев 03056, Украина, тел/факс (044) 4549800, e-mail: vet@aer.ntu-kpi.kiev.ua