Wiesław GOSK
Główny Urząd Miar
Samodzielne Laboratorium Przepływów

WERYFIKACJA WPŁYWU PORÓWNAŃ PROWADZONYCH W WARUNKACH ZRÓWNOWAŻONEGO EKSPERYMENTU WEWNĄTRZLABOROTORYJNEGO NA CMC LABORATORIUM WZORCUJĄCEGO

W referacie przedstawiono metodę weryfikacji wpływu wyników porównań wewnątrzlaboratoryjnych na CMC laboratorium wzorcującego opartą na analizie wariancji wyników eksperymentu zrealizowanego jako doświadczenie dwuczynnikowe przy założeniu, że czynnikami zmiennymi są obserwator wykonujący wzorcowanie oraz czas upływający między kolejnymi cyklami porównań.

Słowa kluczowe: porównania wewnątrzlaboratoryjne, wariancja wewnątrzlaboratoryjna, CMC laboratorium wzorcującego.

VERIFICATION OF THE IMPACT OF COMPARISONS CARRIED OUT IN THE CONDITIONS OF ALANCED WITHIN -LABORATORY EXPERIMENT ON CMC CALIBRATION LABORATORY

The paper presents the method of verifying the impact of the results of within-laboratory comparisons on the CMC calibration laboratory based on the analysis of variance of the results of the experiment as a two-factor experiment assuming that the variable factors are the observer performing the calibration and the time between consecutive comparisons.

Keywords: within-laboratory comparisons, within-laboratory variance, CMC calibration laboratory.

1. WSTĘP

Porównania wewnątrzlaboratoryjne są ważnym narzędziem zapewnienia jakości wyników wzorcowań realizowanych przez laboratoria akredytowane. W praktyce można spotkać – w zależności od dziedziny i specyfiki laboratorium – różne sposoby (plany) prowadzenia tych porównań oraz różne, ustalane często arbitralnie przez laboratoria, miary i kryteria akceptacji ich wyników. Natomiast wyniki porównań wewnątrzlaboratoryjnych nie są na ogół są weryfikowane pod względem ich ewentualnego wpływu na oszacowanie zdolności pomiarowej laboratorium. Tymczasem CMC laboratorium wzorcującego jest oszacowaniem zdolności pomiarowej laboratorium w warunkach „rutynowego" wykonywania wzorcowań, w których czynnikami wpływającymi na zmienność wyników pomiarów mogą być także czynniki: kto z personelu wzorcującego wykonuje wzorcowanie i kiedy.

2. PLAN EKSPERYMENTU WEWNĄTRZLABORATORYJNEGO

Niepewność wzorcowań wykonywanych przez laboratorium zależy od szeregu czynników, do których, przyjmując klasyfikację wg [1], należą: ogólnie pojęta organizacja laboratorium, wyposażenie i jego wzorcowanie, stosowane procedury i przyjęte w nich metody pomiarowe, personel wzorcujący i odstępy czasu między wzorcowaniami. Warunki, w których ww. czynniki są stałe podczas wzorcowania są warunkami powtarzalności. Skrajny przypadek, w którym wszystkie czynniki wpływające (łącznie z organizacją) są zmienne determinuje warunki odtwarzalności międzylaboratoryjnej. Warunki, w których zmiany są ograniczone do M czynników wewnątrz laboratorium są tzw. pośrednimi warunkami precyzji z M czynnikami zmiennymi. W niniejszym opracowaniu określono je jako warunki odtwarzalności wewnątrzlaboratoryjnej.

Zaplanowano doświadczenie, w którym błędy wybranego obiektu wzorcowania (np. przepływomierza) będą wyznaczane kolejno przez v osób personelu (operatorów), w możliwie krótkim czasie (np. w ciągu 2 dni). Każdy z operatorów wykona równą liczbę n pomiarów. Tak wykonane wzorcowanie będzie powtarzane r razy, w równomiernych odstępach czasu (np. co 3 miesiące). Obiekt wzorcowania, procedura wzorcowania, w tym metoda pomiarowa i warunki odniesienia oraz pozostałe czynniki wpływające na wyniki pomiarów pozostają stałe. Planowane w ten sposób doświadczenie określono jako zrównoważony eksperyment wewnątrzlaboratoryjny.

Wyniki pomiarów dla wybranej wartości wielkości mierzonej (np. strumienia objętości) zgromadzono w sposób przedstawiony w tabeli 1. Tworzą one tzw. dwukierunkową klasyfikację krzyżową z czynnikami klasyfikacyjnymi: operator i czas, gdzie operatorzy 1… v i czasy 1…r stanowią klasy tej klasyfikacji. Jest ona ortogonalna ponieważ w każdej podklasie „czas - operator ” liczba n przeprowadzonych pomiarów jest taka sama i nie dopuszcza się, aby którakolwiek z podklas była pusta (wszyscy operatorzy muszą być obecni podczas eksperymentu). Jest to być może kłopotliwe w stosunku do innych planów eksperymentu zakładających puste podklasy, ale znacznie ułatwia dalszą analizę statystyczną. Zgodnie z [2] dla tak zaplanowanego eksperymentu - dotyczącego konkretnego laboratorium - właściwym modelem statystycznym jest tzw. model ze stałym oddziaływaniem (model typu I).

Tabela 1

	Operator 1	…	Operator j	…	Operator v
Czas 1	$y_{111}, y_{112}, \dots, y_{11n}$	…	$y_{1j1}, y_{1j2}, \dots, y_{1jn}$	…	$y_{1v1}, y_{1v2}, \dots, y_{1vn}$
Czas 2	$y_{211}, y_{212}, \dots, y_{21n}$	…	$y_{2j1}, y_{2j2}, \dots, y_{2jn}$	…	$y_{2v1}, y_{2v2}, \dots, y_{2vn}$
.		…		…	
Czas i	$y_{i11}, y_{i12}, \dots, y_{i1n}$	…	$y_{ij1}, y_{ij2}, \dots, y_{ijn}$	…	$y_{iv1}, y_{iv2}, \dots, y_{ivn}$
		…		…	
Czas r	$y_{r11}, y_{r12}, \dots, y_{r1n}$	…	$y_{rj1}, y_{rj2}, \dots, y_{rjn}$	…	$y_{rv1}, y_{rv2}, \dots, y_{rvn}$

3. MODEL STATYSTYCZNY EKSPERYMENTU

Wzorcowanie obiektu w czasie „i” przez operatora „j” przyniosło następujące wyniki:

$$y_{ij1}, y_{ij2}, \dots y_{ijk,} \dots, y_{ijn} \tag{1}$$

Wszystkie wyobrażalne wyniki pomiarów w podklasie „czas i - operator j” , oznaczonej jako T(i), O(j), stanowią populację T(i), O(j). Otrzymane wyniki wzorcowania stanowią zatem realizację obserwowanego w tej populacji wektora losowego:

$$(Y_{ij1}, Y_{ij2}, \dots, Y_{ijk}, \dots, Y_{ijn}) \tag{2}$$

Eksperymentalny charakter danych (1) pozwala na przyjęcie założenia, że Y_{ij1} , Y_{ij2} ,… Y_{ijk} …, Y_{ijn} są niezależne i mają jednakowy rozkład normalny N(m_{ij} , σ_{ij}). Zakłada się ponadto, że wariancja rozkładu Y_{ijk} jest jednakowa dla wszystkich rozpatrywanych podklas, co wyraża się następująco:

$$D^2(Y_{ijk}) = \sigma_{ijk}{}^2 = \sigma^2 \;;\; i = 2 \ldots r, \;\; j = 2 \ldots v \tag{3}$$

Założenie (3), z pozoru silne, w rzeczywistości – uwzględniając fakt, że zmienność Y_{ijk} w każdej podklasie T(i), O(j) jest generowana głównie przez rozrzuty wskazań obiektu wzorcowania – jest na ogół spełnione i zawsze może być zweryfikowane testem jednorodności wariancji.

Niech model generujący wyniki wzorcowania w podklasie T(i), O(j) ma postać:

$$Y_{ijk} = m_{ij} + \xi_{ijk}\,, \qquad k = 1, 2, \ldots, n \tag{4}$$

gdzie: $m_{ij} = E(Y_{ijk})$,
ξ_{ijk} jest zmienną losową o $E(\xi_{ijk}) = 0$ i $D^2(\xi_{ijk}) = \sigma^2$.

Jeżeli wpływy czynników: czas i operator na wyniki wzorcowania są statystycznie istotne wówczas wartości przeciętne m_{ij} w każdej podklasie mogą być inne. Zróżnicowanie tych wartości można obserwować w stosunku do wartości przeciętnej w zbiorze wszystkich populacji T(i), O(j) obejmujących zaplanowany eksperyment, wyznaczając:

$$m = \frac{1}{r \cdot v} \sum_{i=1}^{r} \sum_{j=1}^{v} m_{ij} \tag{5}$$

Wówczas, wprowadzając różnicę $B_{ij} = m_{ij} - m$ wyrażającą odchylenie m_{ij} od (5) spowodowane łącznym wpływem czynników czas i obserwator na m_{ij}, równanie (4) można zapisać jako:

$$Y_{ijk} = m + B_{ij} + \xi_{ijk} \tag{6}$$

albo podejmując próbę rozdzielenia tych wpływów, jako:

$$Y_{ijk} = m + B_{i(T)} + B_{j(O)} + B_{ij(TO)} + \xi_{ijk} \tag{7}$$

gdzie: $B_{i(T)}$ – obciążenie będące efektem głównym wpływu czasu,
$B_{j(O)}$ – obciążenie będące efektem głównym wpływu operatora,
$B_{ij(TO)}$ – obciążenie będące efektem interakcji wpływu czasu i operatora,
ξ_{ijk} – zmienna losowa reprezentująca efekty oddziaływania czynników przypadkowych w pomiarze.

Zróżnicowanie obciążeń $B_{j(O)}$ w klasie „operator" może wynikać z różnych umiejętności technicznych operatorów i ich indywidualnych nawyków w stosowaniu metod pomiarowych. W zróżnicowaniu $B_{i(T)}$ w klasie „czas" przejawia się z kolei wpływ dryfów aparaturowych. Zmieniające się umiejętności i zaangażowanie operatorów w czasie jest przykładem interakcji czynników „operator" i „czas", wyrażających się zmiennością $B_{ij(TO)}$. Oczywiście w warunkach powtarzalności wszystkie ww. obciążenia przybierają wartości stałe.

4. WERYFIKACJA WYNIKÓW EKSPERYMENTU WEWNĄTRZLABORATORYJNEGO

Badanie wpływu operatora i czasu na wyniki wzorcowania zostało przeprowadzone metodą dwuczynnikowej analizy wariancji (ANOVA). Wyniki analizy ujęto w postaci tablicy analizy wariancji i przedstawiono w tabeli 2.

Tabela 2

Źródło zmienności	Suma kwadratów odchyleń z próby	Stopnie swobody	Wariancja z próby
1	2	3	4
T	$SS_{(T)} = v \cdot n \sum_{i=2}^{r} (Y_{i\cdot\cdot} - \bar{Y})^2$	$(r-1)$	$S_{(T)}^2 = \frac{SS_{(T)}}{r-1}$
O	$SS_{(O)} = r \cdot n \sum_{j=2}^{v} (\bar{Y}_{\cdot j\cdot} - \bar{Y})^2$	$(v-1)$	$S_{(O)}^2 = \frac{SS_{(O)}}{v-1}$
T x O	$SS_{(TO)} = n \sum_{i=2}^{r} \sum_{j=2}^{v} (\bar{Y}_{ij\cdot} - \bar{Y}_{i\cdot\cdot} - \bar{Y}_{\cdot j\cdot} + \bar{Y})^2$	$(r-1)\cdot(v-1)$	$S_{TO}^2 = \frac{SS_{(TO)}}{(r-1)\cdot(v-1)}$
Resztowe	$SS_r = \sum_{i=2}^{r} \sum_{j=2}^{v} \sum_{k-1}^{n} (Y_{ijk} - \bar{Y}_{ij\cdot})^2$	$r \cdot v(n-1)$	$S_r^2 = \frac{SS_r}{r \cdot v \cdot (n-1)}$
Ogółem	$SS_{(Y)} = \sum_{i=2}^{r} \sum_{j=2}^{v} \sum_{k=1}^{n} (Y_{ijk} - \bar{Y})^2$	$r \cdot v \cdot n - 1$	X

Średnie arytmetyczne zmiennych losowych Y_{ijk} reprezentujących wyniki wzorcowania w i-tym czasie przez j -tego obserwatora oraz odpowiednio średnie arytmetyczne zmiennych losowych Y_{ijk} reprezentujących wyniki wzorcowania uzyskane w i-tym czasie od wszystkich operatorów lub przez j -tego operatora we wszystkich przeprowadzonych w eksperymencie wzorcowniach określa odpowiednio się jako:

$$\bar{Y}_{ij\cdot} = \frac{1}{n}\sum_{k=1}^{n} Y_{ijk}; \quad \bar{Y}_{i\cdot\cdot} = \frac{1}{v \cdot n}\sum_{j=2}^{v}\sum_{k=1}^{n} Y_{ijk}; \quad \bar{Y}_{\cdot j\cdot} = \frac{1}{r \cdot n}\sum_{i=2}^{r}\sum_{k=1}^{n} Y_{ijk} \tag{8}$$

Średnią arytmetyczną ogólną reprezentującą wyniki eksperymentu jest:

$$\bar{Y} = \frac{1}{r \cdot v \cdot n}\sum_{i=2}^{r}\sum_{j=2}^{v}\sum_{k=1}^{n} Y_{ijk} \tag{9}$$

Suma kwadratów odchyleń $SS_{(Y)}$ (kolumna 2, tabela 2) zmiennej Y_{ijk} reprezentującej wszystkie wyniki wzorcowania od średniej ogólnej (9) została rozłożona na sumy odchyleń $SS_{(T)}$, $SS_{(O)}$ *i* $SS_{(TO)}$. Każda z nich po podzieleniu przez właściwą jej liczbę stopni swobody (kolumna 3, tabela 2) staje się miernikiem wpływu na wyniki wzorcowania odpowiednio czasu, operatora lub interakcji obydwu tych czynników. Resztowa suma kwadratów SS_r jest średnią ze średnich odchyleń (błędów przypadkowych) zmiennych Y_{ijk} od $\bar{Y}_{ij\cdot}$, występujących w każdej podklasie T(i), O(j).

Czas i operator mogą mieć wpływ na wyniki wzorcowania, ale także tego wpływu może nie być lub inaczej mówiąc może być on statystycznie nieistotny. Wszystko zależy od specyfiki pomiarów w danej dziedzinie. Przypuszczenie, że na wyniki wzorcowania czas i operator nie mają wpływu oznacza przyjęcie hipotezy zerowej:

$$H_0: m_{ij} = m; \; Bij=0 \qquad i = 2 \ldots r, \;\; j = 2 \ldots v \tag{10}$$

Dopiero odrzucenie ww. hipotezy H_0 otwiera drogę do uznania hipotezy alternatywnej, że wpływ taki jednak istnieje. Oparte na analizie wariancji funkcje testowe, umożliwiające statystyczną weryfikację H_0, formułuje się zgodnie z [3] jako następujące ilorazy:

$$\frac{S^2_{(T)}}{S^2_r} = \frac{r \cdot v(n-1)}{r-1}; \quad \frac{S^2_{(O)}}{S^2_r} = \frac{r \cdot v(n-1)}{v-1}; \quad \frac{S^2_{(TO)}}{S^2_r} = \frac{r \cdot v\,(n-1)}{(r-1)\cdot(v-1)} \cdot \frac{SS_{(TO)}}{SS_r} \tag{11}$$

Jeżeli spełnione są założenia (3) eksperymentu i hipoteza H_0 jest prawdziwa wówczas funkcje testowe (11) stają się statystykami o rozkładzie *F* Snedecora z ilościami stopni swobody jak w tabeli 3.

Tabela 3

Źródło zmienności	Statystyka	Rozkład statystyki	Obszary krytyczne	Wartości *f* statystyki F dla eksperymentu EWL
T	$S^2_{(T)}/S^2_r$	$F_{(T)}(r-1;\, r\cdot v(n-1))$	$S^2_{(T)}/S^2_r \geq f_{(T)}$	**1,8**
O	$S^2_{(O)}/S^2_r$	$F_{(O)}(v-1;\, r\cdot v(n-1))$	$S^2_{(O)}/S^2_r \geq f_{(T)}$	**3,1**
T x O	$S^2_{(T)}/S^2_r$	$F_{(TO)}\ ((r-1)(v-1)\,; r\cdot v(n-1))$	$S^2_{(TO)}/S^2_r \geq f_{(TO)}$	**1,6**

Po założeniu dopuszczalnego prawdopodobieństwa błędu wnioskowania o słuszności H_0, na poziomie α= 0,05, i ustaleniu wartości krytycznych *f* statystyki F dla poszczególnych źródeł zmienności, możliwe jest zbudowanie odpowiednich obszarów krytycznych (tabela 3). Przykładowo, w tabeli 3 przedstawiono wartości krytyczne *f* dla eksperymentu wewnątrzlaboratoryjnego EWL: r =12 cykli porównań, v =3 operatorów wykonujących po n = 10 powtórzeń. Jeżeli więc np. obliczona wariancja $S^2_{(O)}$ z ww. próby $r{\cdot}v{\cdot}n$ = 12·3·10 =360 pomiarów przekroczy trzykrotnie (f =3,1) wariancję S^2_r wynikającą z błędów przypadkowych, można w sposób praktycznie bezsporny (z błędem wnioskowania nie przekraczającym 5%) odrzucić hipotezę H_0 o braku wpływów operatorów na wyniki wzorcowania. Oznacza to, że wyniki pomiarów, a zatem CMC laboratorium, jest obciążone czynnikiem ludzkim. Laboratorium przeprowadza bowiem wzorcowania w warunkach odtwarzalności wewnątrzlaboratoryjnej, gdzie rutynowo wzorcowanie może przeprowadzać każdy z pracowników.

W przypadku otrzymania stosunkowo dużych, ale mieszczących się w obszarze przyjęcia wartości statystyk (11) nie ma wprawdzie podstaw do odrzucenia hipotezy o braku wpływu rozpatrywanych czynników na wyniki wzorcowania, ale także, co cechuje testy istotności, nie ma też silnych podstaw do jej potwierdzenia. Laboratorium musi samo ocenić, czy bardziej korzystne, ze względu na właściwe oszacowanie CMC jest oszacowanie wpływu tych czynników, czy wręcz przeciwnie – biorąc pod uwagę ryzyko przeszacowania CMC – uznać, że z punktu widzenia laboratorium nie są to wpływy wystarczająco istotne.

5. PODSUMOWANIE

Przedstawiono metodę, w której standardowe narzędzia analizy statystycznej zostały wykorzystane w nowym zastosowaniu – do analizy wyników porównań wewnątrzlaboratoryjnych. Metoda jest ograniczona do weryfikacji hipotezy istotności o braku wpływu wyróżnionych czynników na CMC laboratorium. Jednak odrzucenie tej hipotezy jest dla laboratorium wzorcującego bezwzględnym wskazaniem, że konieczne jest oszacowanie wpływu tych czynników na CMC. Metoda może mieć zastosowanie przede wszystkim tam gdzie czynnik ludzki ma istotne znaczenie w procesach wzorcowania. W dziedzinie przepływów w wielu przypadkach rola operatora jest istotna. Dotyczy to np. wzorcowań anemometrów, przepływomierzy gazu w tym gazomierzy, a także wzorcowań przepływomierzy do wody i cieczy innych niż woda, w przypadkach gdy pomiary te nie są zautomatyzowane.

LITERATURA

1. PN-ISO 5725-3: 2002. Dokładność (poprawność i precyzja) metod pomiarowych i wyników pomiaru. Część 3: Pośrednie miary precyzji standardowej metody pomiarowej.
2. Marek Dobosz: Wspomagana komputerowo statystyczna analiza wyników badań, Akademicka Oficyna Wydawnicza EXIT, Warszawa, 2004.
3. Fisz M.: Rachunek prawdopodobieństwa i statystyka matematyczna, PWN, Warszawa,1969.