

УДК 519.23

А.А. Моисеев
**СТАТИСТИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ КОМПЕТЕНТНОСТИ
ПРИ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ ИСПЫТАНИЯХ**

ГосНИИ химмотологии РФ

Задачей межлабораторных сравнительных испытаний является анализ компетентности лабораторий, а также их выбраковка по признаку некомпетентности. В статье разрабатывается статистический алгоритм анализа компетентности лабораторий, участвующих в указанных испытаниях. Алгоритм базируется на предварительной стандартизации проводимых измерений путем преобразования их в соответствующие дроби Стьюдента. Сформулированы условия некомпетентности лаборатории в случае аномально большой ошибки измерений и в случае нескольких умеренных ошибок. Построены соответствующие решающие правила для алгоритма анализа.

Ключевые слова: межлабораторные испытания, компетентность лаборатории, условия некомпетентности, аномальная ошибка, дробь Стьюдента, критерий Граббса, T – распределение, биномиальное распределение

Контроль соответствия продукта или процесса предъявляемым требованиям обуславливает необходимость использования обоснованных методов оценки точности проводимых измерений. Последняя определяется следующими характеристиками:

- правильностью, определяющей отклонение принятого результата измерений от истинного значения и характеризующейся величиной систематической погрешности;
- воспроизводимостью, определяющей отклонение отдельного измерения от принятого результата и характеризующейся величиной случайной погрешности.

Методика оценки прецизионности в целом соответствует обычному подходу к обработке комплексного эксперимента. От методики трехступенчатой классификации данный подход отличается введением уровней, т.е. возможным различием величин, измеряемых в последовательных сериях. Основной в этих условиях является задача исследования влияния учитываемых факторов на измеряемую величину. Исследование воспроизводимости является в этих условиях вспомогательным и предназначено для отделения влияния погрешности измерений от влияния учитываемых факторов.

Иная ситуация возникает при анализе прецизионности межлабораторных испытаний. Исследование влияния факторов при этом становится вторичным, а главным становится исследование межлабораторной воспроизводимости.

Проведение испытаний в этих условиях должно быть обеспечено инструментом, позволяющим сравнивать результаты полученные в различных лабораториях и принимать необходимые корректирующие меры. В частности, в ходе проведения аккредитации лабораторий должна быть оценена их компетентность. [1] Таким образом, анализ компетентности участвующих лабораторий, а также их выбраковка по признаку некомпетентности является одной из основных задач, возникающих при квалификационных испытаниях,

В основе этого анализа лежит подход, предусматривающий сравнительные измерения разнотипных стандартных образцов веществ и материалов [2], а также их рациональную обработку с использованием методов дисперсионного анализа [3]. Целью последнего является разложение суммарной дисперсии на две величины: дисперсию, обусловленную техникой эксперимента (ошибка воспроизводимости), и дисперсию, вызванную действием исследуемого фактора. В случае многофакторного эксперимента определяются дисперсии, соответствующие различным факторам и их взаимодействиям, а также оценивается статистическая значимость этих величин с учетом ошибки воспроизводимости.

В этих условиях компетентность лаборатории определяется воспроизводимостью результатов сравнительных испытаний. Указанная воспроизводимость обеспечивается в свою очередь статистической однородностью выборки проведенных измерений. Традиционными методами анализа этой однородности являются сравнительный анализ серийных дисперсий исследуемой выборки или серийных стьюдентовых отношений. Довольно часто для решения этой задачи применяются следующие параметрические критерии: Кохрейна, базирующийся на сравнении максимума серийных дисперсий с их суммой, и Граббса, базирующийся на анализе аномальности экстремальных значений в серийных выборках стьюдентовых отношений для измерений [4]. Соответствующие решающие статистики при этом представляют собой:

- отношение максимальной из серийных дисперсий к их сумме;
- величины максимального и минимального стьюдентовых отношений.

Предварительным этапом обработки является стандартизация производимых измерений. Для данного стандартного образца она осуществляется путем перехода от измерений характеристики этого образца к дробям Стьюдента, построенным в соответствии с этими измерениями. Последние формируются в соответствии с соотношениями [5]:

$$\begin{aligned}\xi_i &= \frac{x_i - m}{s} \\ m &= \frac{\sum_{k=1}^L x_k}{L} \\ s &= \sqrt{\frac{\sum_{k=1}^L (x_k - m)^2}{L-1}}\end{aligned}\quad (1)$$

где x_i – межлабораторные измерения стандартного образца
 m, s – величины среднего и СКО измерений
 L – количество лабораторий – участниц.

В этих условиях для решения задачи обработки стандартизированных измерений естественно использовать упомянутый выше критерий Граббса с выборочными средними и СКО рассчитываемыми по сериальным выборкам.

Статистиками Граббса в этом случае являются $Y = \max_{i=1...n} \xi_i$ и $y = \min_{i=1...n} \xi_i$, а

условия аномальности крайних измерений в серии принимают вид $T^n(Y, n-1) > P$ и $T^n(-y, n-1) > P$, где P – доверительная вероятность принятия решения об аномальности, интерпретируемая как доверительная вероятность выбраковки. В качестве условия выбраковки аномального значения можно так же использовать условие вида:

$$\begin{aligned}(2T_{L-1}(\xi) - 1)^L &> P \\ \xi &= \max(|Y|, |y|)\end{aligned}\quad (2)$$

Условие (2) можно интерпретировать как первое условие некомпетентности: лаборатория, в которой проведено соответствующее ξ измерение, считается некомпетентной.

Еще одно условие некомпетентности связано с подсчетом неудовлетворительных измерений из всех проведенных в данной лаборатории. Удовлетворительными считаются измерения, близкие к среднему m , а неудовлетворительными – сильно отклоняющиеся от него. Поскольку эти измерения относятся к различным образцам, они также предварительно стандартизируются путем преобразования в дроби Стьюдента. При переходе к ним удовлетворительными считаются значения дробей, расположенные в окрестности 0, а неудовлетворительными – лежащие вне этой окрестности.

Зададимся вероятностью p неудовлетворительности измерения. Учитывая, что дроби Стюдента имеют T – распределение с $L-1$ степенью свободы, находим для порога H принятия решения об указанной неудовлетворительности

$$2T_{L-1}(H)-1=1-p \quad (3)$$

Удовлетворительным считается значение дроби Стюдента меньше H , а неудовлетворительным – большее H . Распределение вероятностей количества неудовлетворительных измерений n из N проведенных в данной лаборатории является биномиальным с параметрами p и N [6]. Задаваясь доверительной вероятностью P_{II} выбраковки по числу неудовлетворительных измерений, получаем решающее правило для указанной выбраковки:

$$\sum_{k=0}^n C_N^k p^k (1-p)^{N-k} > P_{II} \quad (4)$$

Условие (4) интерпретируется как второе условие некомпетентности. Лаборатория, в которой из N проведенных измерений n являются неудовлетворительными, считается некомпетентной при выполнении этого условия и компетентной в противном случае.

Рассмотрим смысл выведенных условий некомпетентности. Для этого сравним условия (2) и (3) в предположении, что $P_I = 1 - p$. Предполагая также, что в (2) имеет место равенство, находим из этого сравнения, что $\xi > H$. Таким образом, первое условие некомпетентности выполняется в случае аномальной ошибки хотя бы одного из проведенных измерений. Второе условие означает, что лаборатория считается некомпетентной в случае нескольких умеренных ошибок в проведенных измерениях.

Модифицированный алгоритм контроля межлабораторной воспроизводимости применяется в условиях возможного изменения измеряемых величин. В этом смысле он отличается универсальностью от методики трехступенчатой классификации, ориентированной на неизменность измеряемых значений. Вместе с тем, использование выравнивания измерений путем перехода к дробям Стюдента позволяет применять эту методику без всяких ограничений. В алгоритме используется нетрадиционный подход к анализу решающих статистик, предусматривающий расчет вероятностей их реализации вместо использования процентных таблиц. Все это дает возможность упростить алгоритм контроля воспроизводимости и использовать его в качестве основы для коррекции стандартных методик указанного контроля.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ Р 8.690-2009 Использование программ проверки квалификации посредством межлабораторных сравнительных испытаний при аккредитации испытательных лабораторий, М., Стандартиформ, 2010.
2. ГОСТ 8.315-97 Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов, М., издательство стандартов, 1998 год.
3. Налимов В.В. Применение математической статистики при анализе вещества, М., Физматгиз, 1960, 430 с.
4. Моисеев А.А., Модифицированные критерии статистической однородности// Промышленные АСУ и контроллеры, №11, 2015, с. 20.
5. Пугачев В.С. Теория вероятности и математическая статистика, М., «Наука», 1979, 496с.
6. Большев Л.Н., Смирнов Н.В. Таблицы математической статистики, М., «Наука», 1983, 416 с.

A.A. Moiseev

STATISTICAL COMPETENCE ANALYSIS AT INTER-LABORATORY TESTS

State Research Institute of Chimnotology

Main task of inter - laboratory test is competence analysis and rejection of non – competent laboratories on its results. Statistical algorithm of competence analysis is developed here for laboratories taken part in inter – laboratory tests. This algorithm is based on preliminary standardization performed using measurements transformation into correspondent Student's fractions. Incompetence conditions are formed for anomalous measurement error and for several moderate measurement errors. Correspondent decision rules are built for analysis algorithm.

Keywords: *inter - laboratory test, competence, non – competence conditions, fnomal error, Student fraction, Grabbs criterion, T – distribution, binomial distribution*

REFERENCES

1. GOST P 8.690 – 2009 Using of qualification tests programs for inter – laboratory comparative tests at test laboratories accreditation, М., publisher “Standardinform”, 2010.
2. GOST 8.315-97, Standard samplings of substances and materials composition and features, М., publishing house of standards, 1998.

3. Nalimov V. Mathematical statistics application at substance analysis, M., publishing house of physical and mathematical literature, 1960, 430 p.
4. Moiseev A. Modified criteria of statistical uniformity// Computer-aided control systems and controllers, №11, 2015, p 20.
5. Pugachev V. Probability theory and mathematical statistics, M., publisher "Science", 1979, 496 p.
6. Bolshev L., Smirnov N. Tables of mathematical statistics, M., publisher "Science", 1983, 416 p.