

УДК 53.088.3(045)(476)

П. С. Серенков,
В. Л. Гуревич,
В. Р. Мовламов

ПРОЦЕССНЫЙ ПОДХОД К ИССЛЕДОВАНИЮ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ТОЧНОСТИ МЕТОДОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Установлено, что элементный подход, положенный в основу структуры стандартов серии СТБ ИСО 5725, является методологическим барьером для результативного и эффективного их применения. Обоснован процессный подход к интерпретации стандартов серии СТБ ИСО 5725, реализованный как проект методического руководства по их практическому применению. Методическое руководство представлено как описание процесса определения точностных характеристик валидируемого (аттестуемого) метода измерений в виде алгоритмов, «собранных» из отдельных фрагментов стандартов этой серии и представленных в виде блок-схем с пояснениями и соответствующими ссылками.

It was found that the «element» approach, as the basis of the ISO 5725 standards structure, is a methodological barrier to the effective and efficient use of them. Substantiated «process» approach to the interpretation of the ISO 5725 standards, implemented as the project of methodical guide for practical application of them. Methodological Guide is presented as a definition of the process of estimating the test method accuracy characteristics for purposes of validation in the form of algorithms, "collected" from the individual fragments of the ISO 5725 standards and presented as the block diagrams with explanations and relevant links.

Проблемная ситуация

Метрологическое обеспечение контроля качества продукции основывается прежде всего на применяемых средствах измерения и методиках выполнения измерений (далее – МВИ).

В соответствии с законодательством Республики Беларусь в области обеспечения единства измерений МВИ, применяемые для контроля показателей качества продукции, должны пройти процедуру метрологического подтверждения пригодности.

Метрологическое подтверждение пригодности метода предполагает в первую очередь определение его характеристик. К основным характеристикам метода измерений относят смещение метода, показатели прецизионности метода, неопределенность результатов измерений, предел количественного обнаружения, робастность метода и др. [1, 2].

Ключевыми характеристиками точности метода традиционно выступают правильность и прецизионность. Отдельные аспекты их определения изложены в стандартах СТБ ИСО 5725-1 – СТБ ИСО 5725-6. Стандарты регламентируют требования, которые относятся к планированию и реализации измерительного эксперимента, к алгоритмам статистической обработки и представлению результатов. Практика применения стандартов данной серии выявила ряд существенных методических недостатков.

Во-первых, в стандартах СТБ ИСО 5725-1 – СТБ ИСО 5725-6 оценивание показателей точности метода не рассматривается как алгоритм, включающий начало и конец процесса исследо-

вания метода, а также последовательность его этапов. Структура серии стандартов построена на принципе «элементного подхода», т. е. выборочно рассматриваются отдельные аспекты (элементы) общего процесса исследования метода. Кроме того, требования к ним разбросаны в разных частях серии. Это хорошо видно из рисунка 1, где процесс исследования точностных характеристик метода представлен как типичный для любого процесса поток работ.

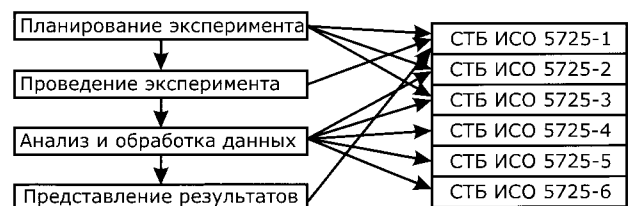


Рис. 1. Связь требований стандартов серии СТБ ИСО 5725 с этапами процесса исследования точностных характеристик метода измерений

Очевидно, что, имея на руках стандарты, описывающие только отдельные элементы процесса исследований, практикующий метролог вынужден, кроме всего прочего, сложить для себя целостную картину процесса как алгоритм, включающий последовательность действий, критерии перехода от одного этапа к другому, применяемые технологии сбора, обработки и анализа данных.

На практике ситуация осложняется еще тем, что алгоритм процесса исследований (рис. 1) включает так называемые «перекрестки» – точки, где дальнейший ход процесса зависит от конкретной

ситуации (возможностей процесса, значения критерия и т. п.). Причем в рамках всего алгоритма таких «перекрестков» с альтернативами развития ситуации немало, а, следовательно, возможное число реализаций процесса исследований характеристик точности метода измерений может быть достаточно большим.

Примечание. Аналогичная ситуация имела место в истории развития стандарта ISO 9001. До 2000 года стандарт на требования к системам менеджмента качества строился по элементному принципу. Требования формулировались в отношении отдельных элементов системы (20 элементов). Поэтому стандарт был трудным для понимания инженерами по качеству, непоследовательным с точки зрения создания СМК в организации. Начиная с 2000 года ТК 176 ISO кардинально пересмотрел концепцию изложения требований, и появилась версия стандарта ISO 9001:2000, основанная на процессном подходе. Требования к системе менеджмента качества формулировались теперь в отношении процессов системы, что обеспечивало разработчикам полноценное представление о системе [3]. Считалось, что первые версии стандарта были удобны экспертам-аудиторам для целей аудита, а последующие (начиная с 2000 года) – удобны инженерам и менеджерам по качеству для создания и поддержания в рабочем состоянии системы менеджмента качества [4].

Во-вторых, стандарты рассматривают оценку показателей точности методов и результатов измерений главным образом в рамках межлабораторного эксперимента, в то время как статистические исследования показывают, что значительную часть всей доли экспериментов по оценке показателей точности метода лаборатории реализуют путем внутрилабораторных исследований.

Очевидна проблема отсутствия научно-методической поддержки для инженеров-метрологов лабораторий, в обязанность которых входит планирование, обеспечение и организация процесса оценивания показателей точности метода измерений (испытаний) путем внутрилабораторных или межлабораторных исследований.

Научно-методическое обеспечение эффективности применения стандартов серии СТБ ИСО 5725

Для решения проблемы повышения эффективности применения стандартов серии СТБ ИСО 5725 нами разработан проект методического руководства. Руководство представлено как описание процесса определения точностных характеристик метода измерений в виде алгоритма, собранного из отдельных фрагментов стандартов серии. Следует подчеркнуть, что этапы алгоритма, как и всё руководство, абсолютно соответствуют требованиям стандартов серии СТБ ИСО 5725.

Проект методического руководства включает два варианта реализации процесса оценивания показателей точности метода измерений: путем межлабораторных исследований и путем внутрилабораторных исследований с соответствующими формами рабочих документов.

Методическое руководство ориентировано на инженера-метролога лаборатории и включает описание последовательности его действий в виде блок-схем с пояснениями и соответствующими ссылками на разделы стандартов серии СТБ ИСО 5725.

Методическое руководство позволит инженеру-метрологу лаборатории любого профиля решить поставленную задачу по корректному определению характеристик правильности и прецизионности метода измерений в рамках валидации (аттестации) без помощи внешних консультантов.

Общий алгоритм в силу технических причин не имеет возможности быть в полном объеме представленным в данной статье. Мы хотели бы акцентировать внимание на отдельных нетривиальных моментах процесса, требующих комментирования или разъяснения.

Алгоритмы процесса оценивания показателей точности метода разработаны для случаев межлабораторных и внутрилабораторных исследований. В качестве исследуемых характеристик метода выступают показатели правильности и прецизионности (рис. 2).

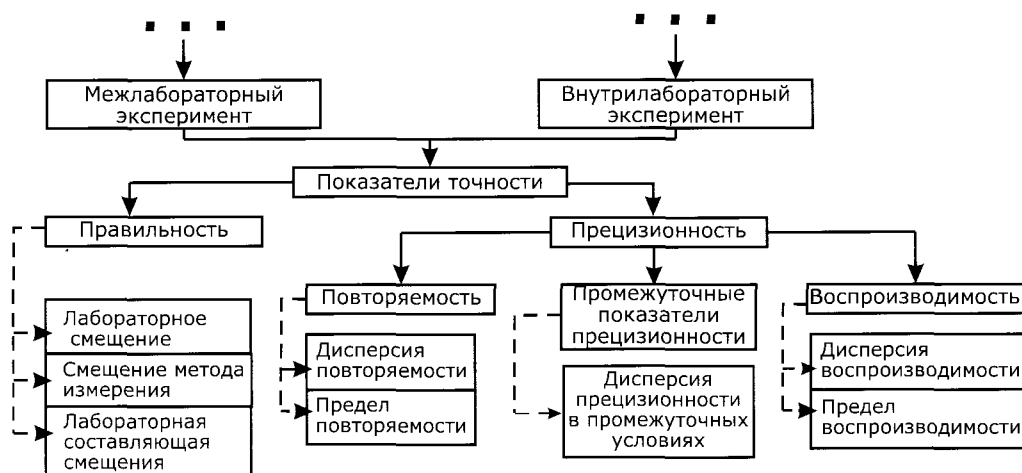


Рис. 2. Формирование комплекса задач исследования точности метода измерений

Каждый алгоритм оценивания того или иного показателя методологически включает в себя четыре этапа (рис. 1). В данной статье мы рассмотрим только один из четырех алгоритмов – алгоритм процесса внутрилабораторного исследования характеристик прецизионности аттестуемого метода измерений.

Алгоритм процесса исследования метода измерения путем внутрилабораторного исследования по характеристикам прецизионности

Под прецизионностью понимают близость между независимыми результатами испытаний, полученными при определенных принятых условиях. Показатель прецизионности обычно выражают в терминах рассеяния и вычисляют как стандартное отклонение результатов испытаний [5].

Общий алгоритм, приведенный на рисунке 1, точен для решения конкретной задачи определения характеристик прецизионности метода и представлен на рисунке 3.

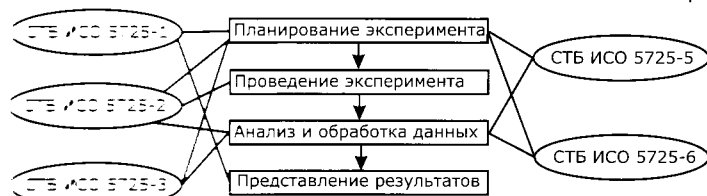


Рис. 3. Связь требований стандартов серии СТБ ИСО 5725 с процессом проведения эксперимента по оценке прецизионности

На каждом этапе алгоритма (рис. 3) решаются свои задачи, для каждой задачи определены свои методы, инструменты, критерии, регламентированные различными разделами стандартов серии СТБ ИСО 5725. В данной статье мы рассмотрим детализацию этого алгоритма на ключевых этапах его сквозной реализации: «планирование эксперимента» и «анализ и обработка данных».

Планирование как этап алгоритма оценки показателей прецизионности метода измерений

Это первый этап, с которым сталкивается инженер-метролог, ответственный за организацию процесса метрологического подтверждения метода испытаний (измерений). Очевидна важность этого этапа, так как именно здесь определяется экономическая целесообразность внутрилабораторных исследований метода, соизмеримость действий с возможностями лаборатории.

Реализация этапа «планирование» включает в себя классическую для экспериментальных исследований последовательность стадий, представленную на рисунке 4. Очевидно, что полный процесс планирования исследований метода как последовательность действий инженера-метролога необходимо «скомпилировать» из различных разделов стандартов серии СТБ ИСО 5725.

Особое внимание при формировании алгоритма этапа «планирование» уделено возможным альтернативам реализации этого процесса в определенных точках – «перекрестках», где инженер-метролог должен принять решение, по какому пути двигаться дальше. На данном этапе в роли «перекрестков» выступают точки процесса, связанные с выбором типа плана измерительного эксперимента и его характеристик.



Рис. 4. Связь требований стандартов серии СТБ ИСО 5725 с процессом решения задач этапа «планирование»

В качестве примера приведем фрагмент алгоритма на стадии «выбор плана эксперимента» (рис. 5), где появляется «перекресток» типа «выбор типа плана измерительного эксперимента и определение количества повторов» с возможными различными разделами различных стандартов серии СТБ ИСО 5725.

На рисунке 5 приведены все возможные альтернативы и критерии выбора типа плана эксперимента по определению характеристик прецизионности метода измерений, которые регламентированы различными разделами стандартов серии СТБ ИСО 5725.

Выбор типа плана эксперимента – ответственная задача, решаемая по правилам теории планирования эксперимента в зависимости от различных факторов. Существует достаточно широкий круг типов планов для проведения корректного дисперсионного анализа объекта исследований [6].

Рациональность плана измерительного эксперимента в рамках внутрилабораторных исследований характеристик прецизионности метода определяется конкретными обстоятельствами, например, риском получения некорректных оценок, свойствами объекта испытаний, особенностями метода измерений, условиями проведения измерений, возможностями лаборатории и т. д.

СТБ ИСО 5725-3 предписывает следующие варианты планирования измерительного эксперимента по определению характеристик прецизионности метода [6]:

- простейший подход к планированию;
- иерархический («гнездовой») М-факторный план с полной группировкой;
- иерархический («гнездовой») М-факторный план со ступенчатой группировкой.

Стандарт относит их к основным методам планирования измерительного эксперимента, но при этом не дает четких указаний по выбору плана

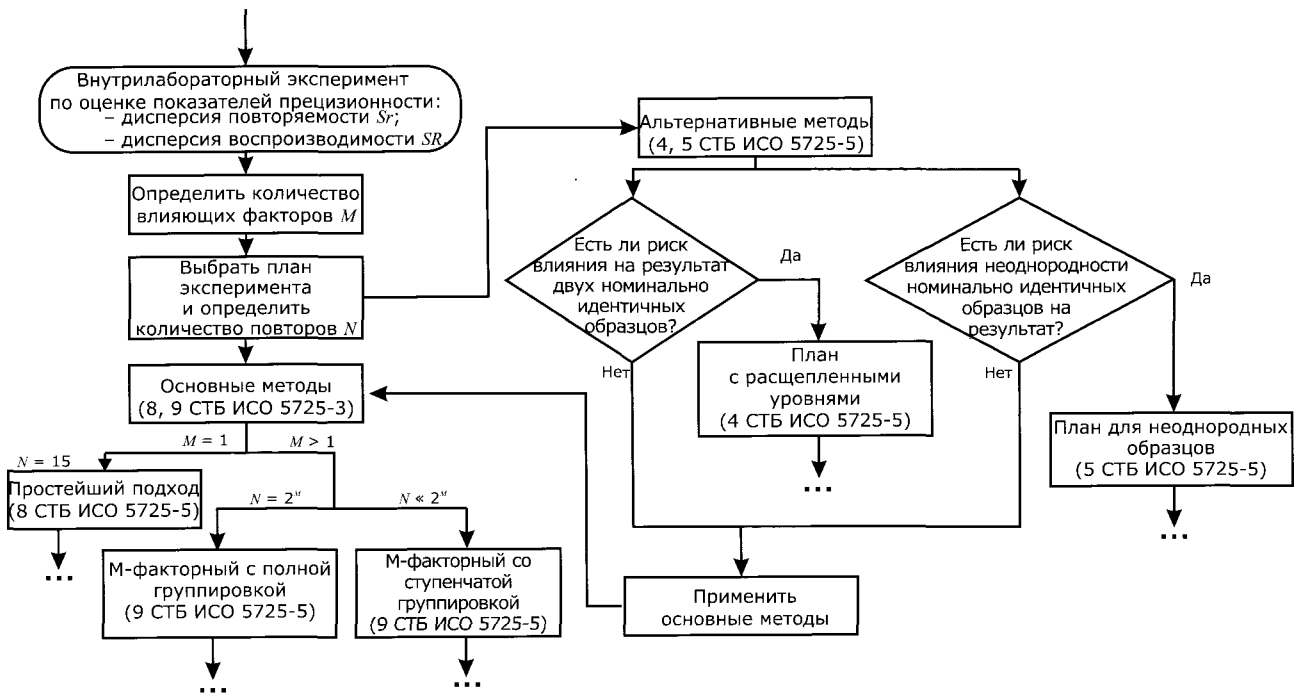


Рис. 5. Альтернативы выбора плана эксперимента по определению характеристик прецизионности исследуемого метода измерений

эксперимента, методики цензурирования результатов и критериев их приемлемости.

Наиболее корректным с точки зрения точности получаемых оценок прецизионности аттестуемого метода измерений является М-факторный план эксперимента с полной группировкой, однако он требует достаточно большого количества экспериментов. Этому плану присуще так называемое «проклятие размерности», т. к. количество измерений для реализации плана размерностью М (М – количество факторов) составляет 2М.

С точки зрения экономии ресурсов для лабораторий более привлекательным является М-факторный план эксперимента со ступенчатой группировкой, он требует значительно меньшего количества экспериментов. Например, для случая М = 4 (четыре фактора: средство измерений, день, оператор, калибровка) план эксперимента с полной группировкой предполагает количество экспериментов без повторений 16, в то время как план эксперимента со ступенчатой группировкой – только 5. Однако исследования показали, что в последнем случае получаемая оценка прецизионности аттестуемого метода (стандартное отклонение в условиях воспроизводимости) в 1,5 – 1,8 раза больше.

Дополнительно следует отметить, что при применении основных методов планирования существует риск того, что оператор может допустить влияние результата измерений одного образца на результат последующего измерения другого образца из того же материала, что вызывает изменение оценок стандартного отклонения повторяемости и воспроизводимости. С этой точки зрения

интерес представляют альтернативные методы планирования.

СТБ ИСО 5725-5 предлагает следующие альтернативные методы планирования [7]:

- план с расщепленными уровнями;
- план для неоднородных образцов.

В ряде случаев, обозначенных в предлагаемом нами методическом руководстве, эти планы могут иметь даже большую практическую ценность, чем планы, представленные в СТБ ИСО 5725-3 [6]. Например, планы основного метода требуют высокой однородности образцов, используемых в эксперименте. В ряде случаев объективно невозможно добиться требуемой однородности образцов, что при реализации основного метода планирования даст завышенные оценки стандартного отклонения воспроизводимости аттестуемого метода на величину стандартного отклонения, вызванного различиями между образцами.

Если риск смещения оценок прецизионности высок, то предпочтение следует отдать альтернативным планам, так как они снижают ожидаемый риск [7].

Анализ и обработка данных как этап алгоритма оценки показателей прецизионности метода измерений

Данный этап начинается после стадии заполнения формы, предназначенной для регистрации экспериментальных данных, полученных в ходе проведения испытаний (измерений). Его реализация включает последовательность трех стадий, представленную на рисунке 6. Так же, как и в предыдущем случае, алгоритм этапа «анализ и обработка полученных данных» исследований метода

измерений как последовательность действий инженера-метролога необходимо «склеить» из различных разделов стандартов серии СТБ ИСО 5725.

На рисунке 6 представлена взаимосвязь требований стандартов серии СТБ ИСО 5725 с различными стадиями этапа исследований метода «анализ и обработка полученных данных».

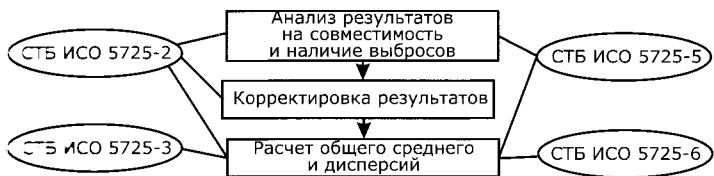


Рис. 6. Связь требований стандартов серии СТБ ИСО 5725 с процессом решения задач этапа «анализ и обработка полученных данных»

Первая стадия предполагает цензурирование полученного экспериментально исходного массива данных (представленного в виде формы, предназначенной для регистрации измерений), включающее проведение комплекса проверок на наличие выбросов и разбросов с последующим принятием решения об исключении тех или иных данных из последующего расчета характеристик прецизионности метода [8].

Алгоритм действий инженера-метролога на данном этапе имеет разветвленный характер с достаточно большим количеством «перекрестков». Это объясняется разнообразием возможных ситуаций и статистических критериев.

Фрагмент алгоритма реализации первой стадии этапа представлен на рисунке 7.

Вторая стадия предполагает принятие решения об исключении выбросов после цензурирования, а также о восстановлении или нет исходного количества данных. Проблема исключения данных из массива заключается в том, что если их не восстановить, то возникает риск некорректности последующего статистического анализа данных. Форма регистрации результатов испытаний (измерений) с различным количеством данных для различных уровней диапазона аттестуемого метода измерений создает прецедент неравенства числа степеней свободы. Это, в свою очередь, ведет к изменению оцениваемых статистических характеристик прецизионности метода на различных уровнях диапазона, т. е. делает их несопоставимыми [8].

Следует отметить, что в стандартах серии СТБ ИСО 5725 рассматривается целый комплекс возможных ситуаций, встречающихся на практике:

- для случаев, когда форма регистрации результатов экспериментов подлежит восстановлению после извлечения выбросовых значений:
 - типовая ситуация с многократными измерениями – СТБ ИСО 5725-2, где приведены рекомендации, устраняющие данную проблему [8];
 - случай с параллельными измерениями – СТБ ИСО 5725-6, где приведена методика проверки приемлемости результатов испытаний для

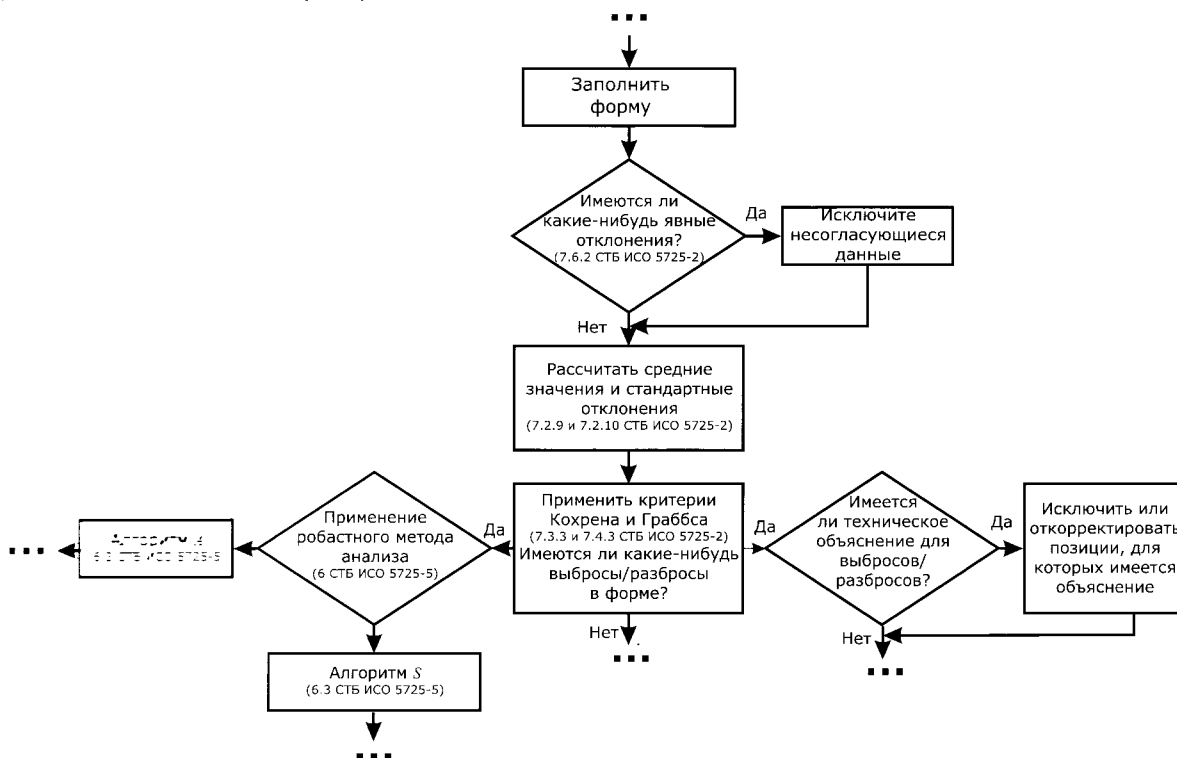


Рис. 7. Фрагмент алгоритма на стадии «анализ результатов на совместимость и наличие выбросов» этапа анализа и обработки полученных данных Альтернативы выбора

случаев дорогостоящих и недорогостоящих испытаний [9];

- для случая, когда форма регистрации результатов экспериментов не подлежит восстановлению после извлечения выбросовых значений:

- СТБ ИСО 5725-5 описывает робастные методы анализа результатов экспериментов для данных, содержащих выбросовые данные без использования специальных критериев для их исключения [7].

На рисунке 8 представлен фрагмент алгоритма с системой «перекрестков», охватывающий все возможные ситуации, встречающиеся на стадии «корректировка результатов».

Примечание. Аналогичная процедура приведена в предлагаемом нами методическом руководстве для случая дорогостоящих испытаний.

Третья стадия предполагает расчет средних значений, стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости и проблем, как правило, не вызывает, так как однозначно и достаточно хорошо описана в СТБ ИСО 5725-2 [8].

Заключение

В результате комплексного анализа практики применения стандартов серии СТБ ИСО 5725 в рамках валидации (аттестации) методов измерений (испытаний) установлено, что элементный подход, положенный в основу структуры этих ТНПА, является методологическим барьером для результативного и эффективного их применения.

Для решения выявленной проблемы применения стандартов серии СТБ ИСО 5725 для аттестации (валидации) методов измерений нами использован процессный подход к интерпретации стандартов серии СТБ ИСО 5725. Подход реализован как про-

ект методического руководства по практическому применению ТНПА данной серии. Методическое руководство рассматривает деятельность инженера-метролога по исследованию характеристик аттестуемого (валидируемого) метода измерений как «сквозной» процесс.

В качестве исследуемых характеристик метода выступают показатели правильности и прецизионности.

Методическое руководство представлено как описание процесса определения точностных характеристик метода измерений в виде алгоритмов, «собранных» из отдельных фрагментов стандартов серии. Следует подчеркнуть, что этапы алгоритма, как и все руководство абсолютно соответствуют требованиям серии стандартов СТБ ИСО 5725. Алгоритмы процесса оценивания показателей точности метода разработаны для случаев межлабораторных и внутрилабораторных исследований характеристик правильности и прецизионности.

Особое внимание при формировании алгоритмов уделено возможным альтернативам реализации соответствующего процесса в определенных точках – «перекрестках», где инженер-метролог должен принять решение, по какому пути двигаться дальше. При этом на каждом этапе алгоритма определены типовые задачи, для решения каждой из которых определены свои методы, инструменты, критерии, регламентированные различными разделами стандартов серии СТБ ИСО 5725.

В совокупности проект методического руководства как последовательность действий в виде блок-схем с пояснениями и соответствующими ссылками обеспечивает цельность понимания поставленных целей, системное видение всего процесса иссле-

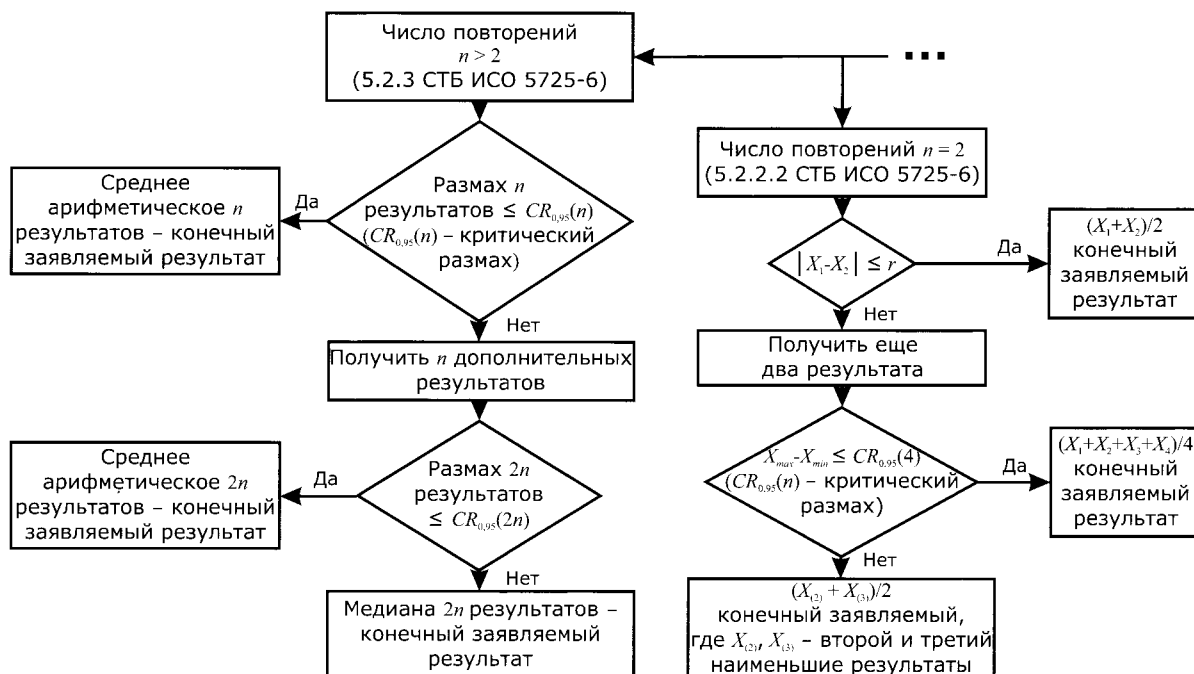


Рис. 8. Фрагмент алгоритма на стадии «корректировка результатов» этапа анализа и обработки полученных данных. Альтернативы выбора

дования точностных характеристик метода, результативную и эффективную его реализацию.

Список использованной литературы

1. Производство лекарственных средств. Валидация методик испытаний: ТКП 432-2012. – Введ. 01.03.2013. – Минск: БелГИСС, 2011. – 24 с.
2. Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений. Основные положения: ГОСТ 8.010-2013. – Взамен ГОСТ 8.010-99; Введ. 01.04.2017. – Минск: Госстандарт: БелГИСС, 2016. – II, 20 с. – (Государственный стандарт Республики Беларусь).
3. Оптнер С. Л. Системный анализ: этап развития методологии решения проблем в США / С. Л. Оптнер; пер. с англ. С. П. Никанорова. – М.: Изд-во «Прогресс», 1969. – 254 с.
4. Серенков П. С. Развитие доказательной базы метрологии на основе принципов системного подхода / П. С. Серенков // Метрология-2009 : Сб. докладов Междунар. науч.-практ. конф., Минск, 2009 г. / Госстандарт Республики Беларусь, БелГИМ, БНТУ; под общ. ред. В. Н. Корешкова и др. – Минск, 2009 – С. 19 – 23.
5. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения: СТБ ИСО 5725-1-2002. – Введ. 01.07.2003. – Минск: БелГИСС, 2011. – 26 с.
6. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Проме-

7. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений: СТБ ИСО 5725-5-2002. – Введ. 01.07.2003. – Минск: БелГИСС, 2011. – 58 с.
8. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений: СТБ ИСО 5725-2-2002. – Введ. 01.07.2003. – Минск: БелГИСС, 2011. – 54 с.
9. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике: СТБ ИСО 5725-6-2002. – Введ. 01.07.2003. – Минск: БелГИСС, 2011. – 48 с.

Павел Степанович Серенков, заведующий кафедрой «Стандартизация, метрология и информационные системы» БНТУ, доктор технических наук;

Валерий Львович Гуревич, директор БелГИМ, кандидат технических наук;

Вадим Рустамович Мовламов, инженер отдела межлабораторных сличений БелГИМ

Дата поступления 27.06.2017.