

Контроль качества лабораторных измерений.

ВЛК: Контроль стабильности. Контрольные карты Ч. 5.

**Доцент Дадали Юрий
Владимирович**

**Кафедра профилактической медицины и охраны здоровья
СЗГМУ им. И.И. Мечникова**

Контрольные карты

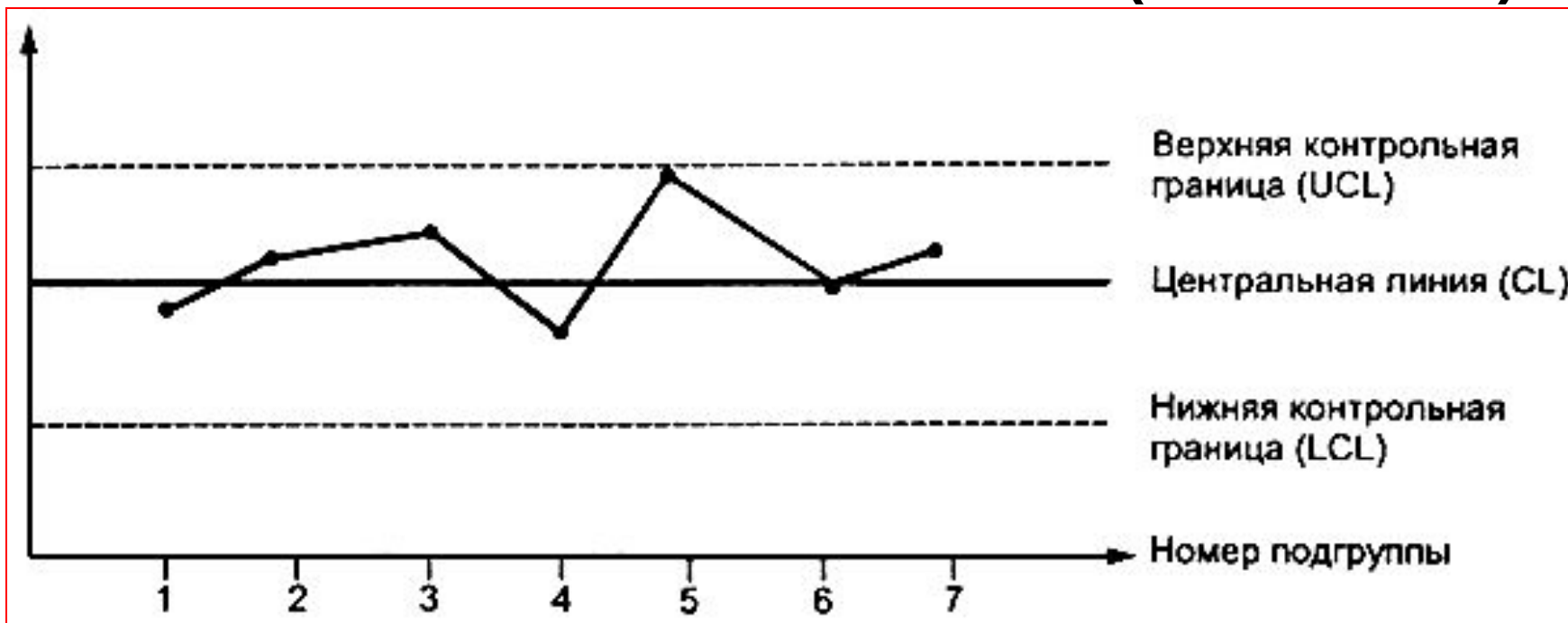
- Важным аспектом контроля качества является **анализ образцов контроля качества.**
- Анализ контрольных образцов позволяет отслеживать **рабочие характеристики** измерительной системы за определённый **период времени.**
- Построение контрольной карты – один из самых **полезных способов обработки данных.**
- Устанавливаются **контрольные пределы:** предел предупреждения и предел действия как **«тревожные звонки»:** признак того, что **система выходит из-под контроля.**

Контрольные карты для обнаружения систематических погрешностей и контроля стабильности измерительной системы и правильности результатов измерений

- Карты Шухарта;**
- Карты средних значений;**
- Карты скользящих средних;**
- Карты кумулятивных сумм.**

- **Контрольная карта** – график, на который наносят значения любых измеренных величин во временной последовательности, например, результаты последовательных измерений контрольного образца.
- По этому графику легко **отслеживаются естественные флуктуации значений измеряемой величины, вызванными случайными погрешностями метода.**

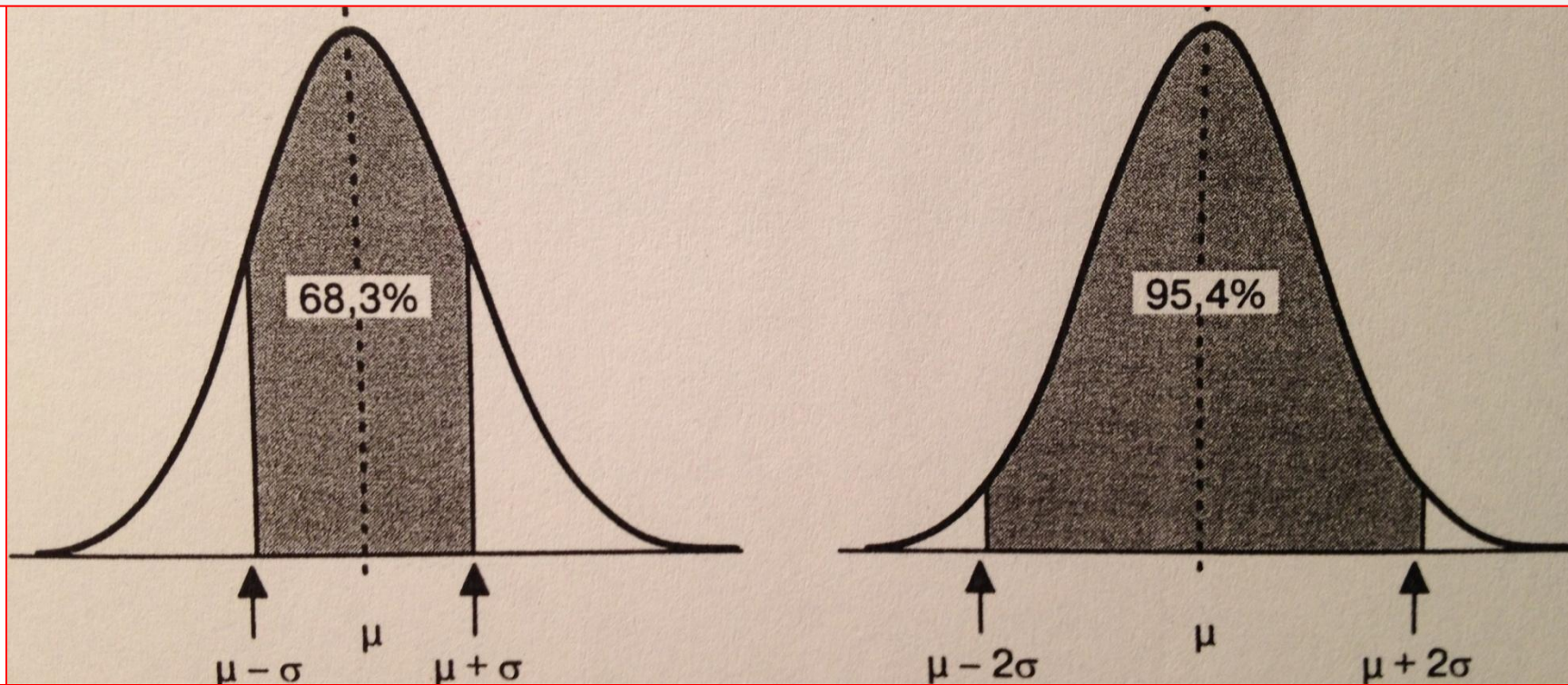
В соответствии с ГОСТ Р 50779.42-99 (ИСО 8258-91)



По результатам измерений рассчитывается **среднее значение** \bar{x} величины CL – на графике изображается **в виде центральной линии**.

В большинстве случаев на карте Шухарта наблюдается **симметричное распределение величин вокруг среднего значения** в соответствии с нормальным распределением Гаусса.

В 95.4% случаев нормальное распределение укладывается в границы $\pm 2\cdot\sigma$



99.7% значений попадают в интервал $\pm 3\cdot\sigma$ (99.7%) –

почти все значения!

Если результаты измерений выпадают или в течение времени начинают выпадать за пределы установленных границ, то существует вероятность того, что произошли изменения в измерительной системе, повлиявшие на рабочие характеристики и приведшие к сдвигу среднего значения или увеличению стандартного отклонения (уменьшению прецизионности).

Назначение контрольной карты – выявление подобных закономерностей. Для исследователя остаётся задача: решить, является ли это изменение значительным?

Карта Шухарта – простейший тип контрольной карты.

Ими пользуются для ежедневного мониторинга вариаций аналитического процесса. При этом измеряют вариации результатов измерений образца для контроля качества (ОКК) или стандарта.

Значение измеряемой величины откладывают на оси Y, а по оси X откладывают время проведения или номер последовательного измерения.

Значение измеряемой величины на оси Y может выражаться в виде абсолютной величины или в виде отклонений (текущих расхождений, размахов) от целевого значения (например, опорного или среднего значения)

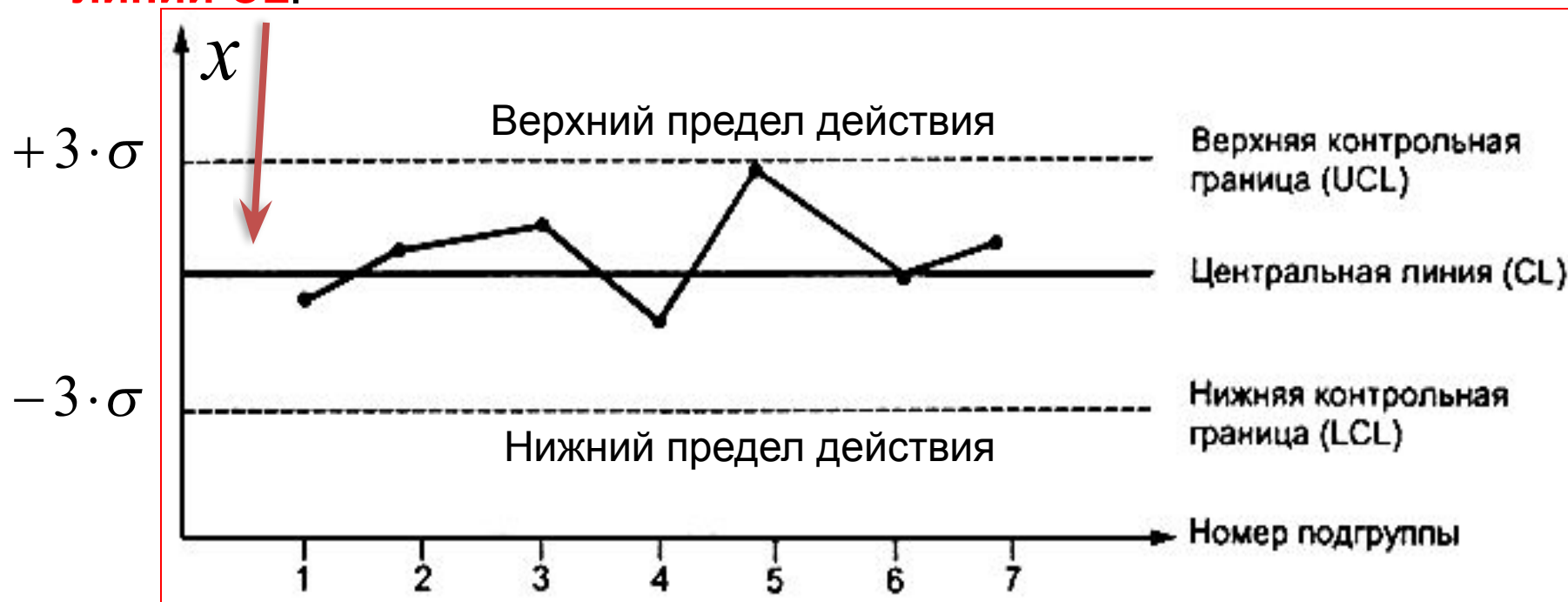
ОКК представляет собой образец, аналогичный обычно измеряемым в ходе аналитического процесса пробам, стабильный и доступный.

ОКК анализируют периодически вместе с партией проб.

Если вариации результатов измерений ОКК являются приемлемыми, то разумно предполагать, что и результаты измерений рабочих проб в этих партиях также приемлемы!

Но как определить, что является приемлемым, а что нет?

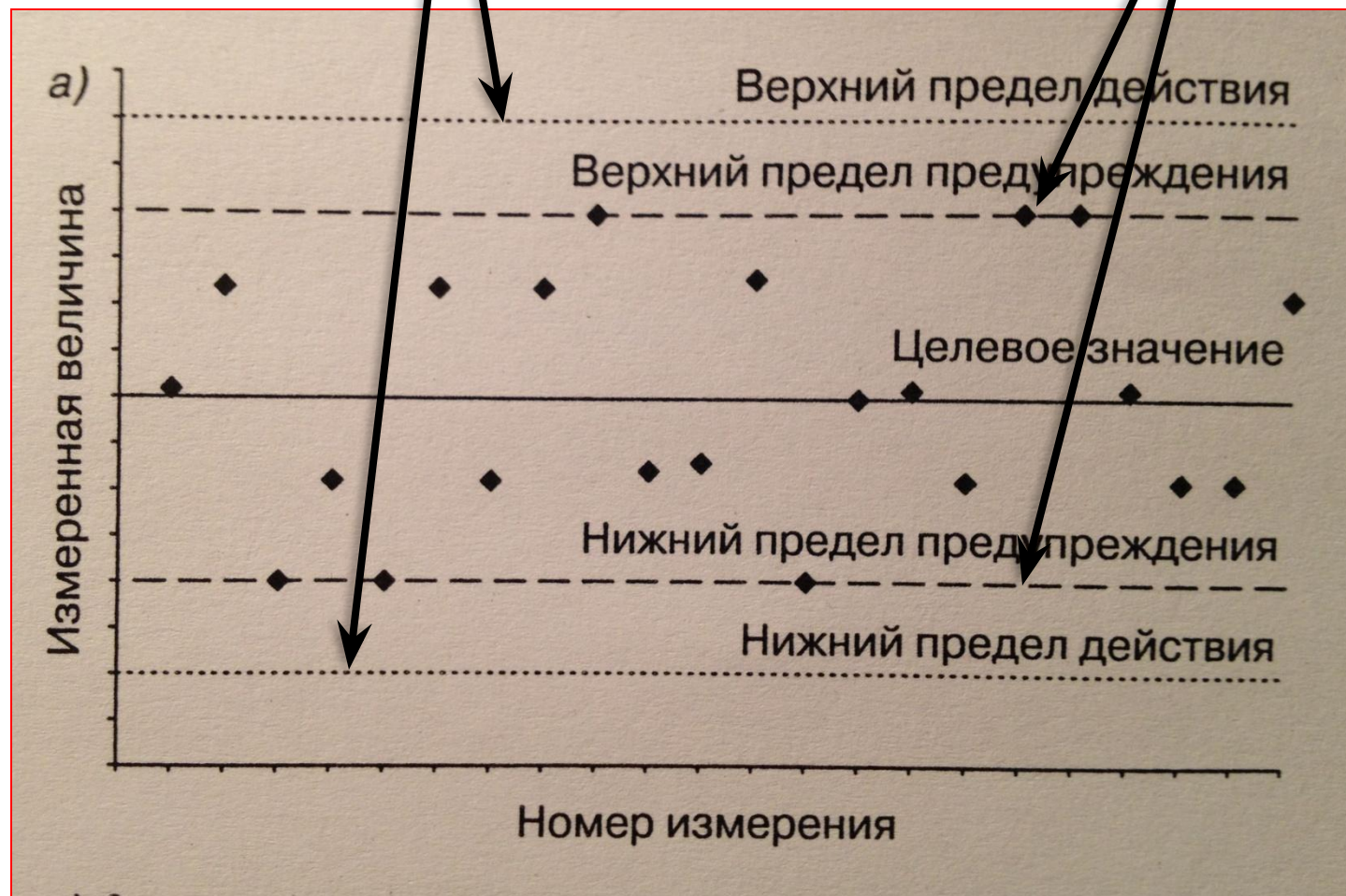
1. По результатам измерений рассчитывается **среднее значение величины для ОКК** – на графике изображается в виде **центральной линии CL**.



Что приемлемо? – Задача сводится к определению пределов

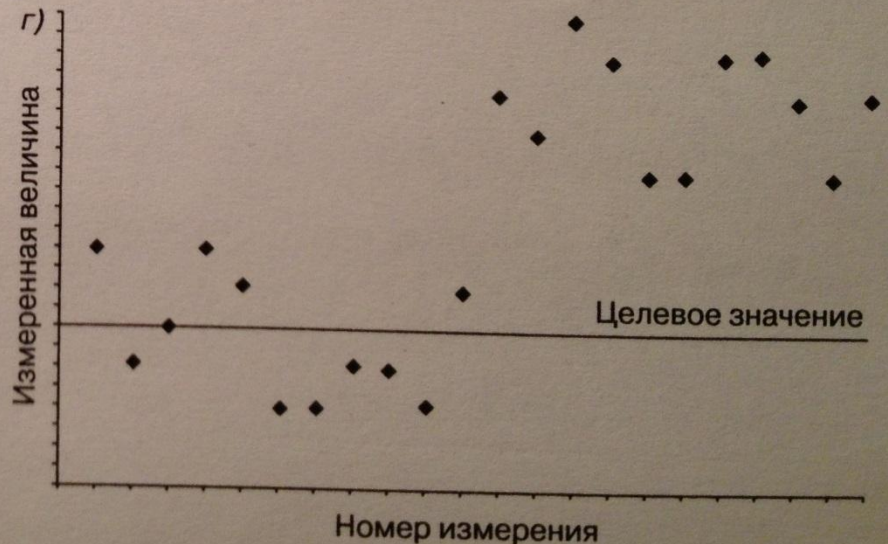
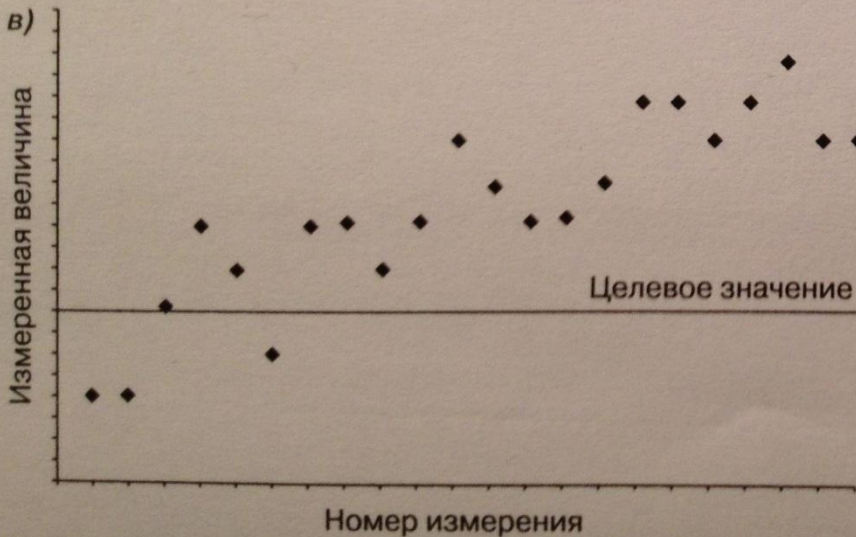
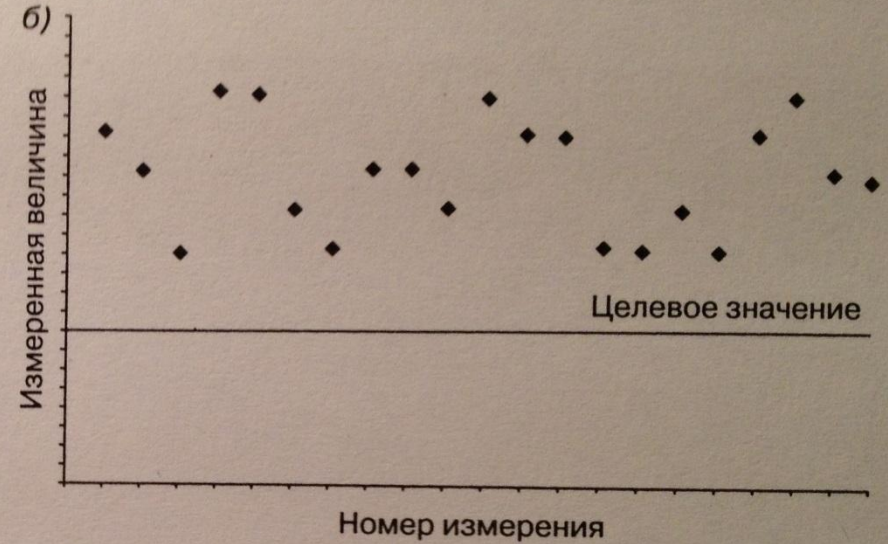
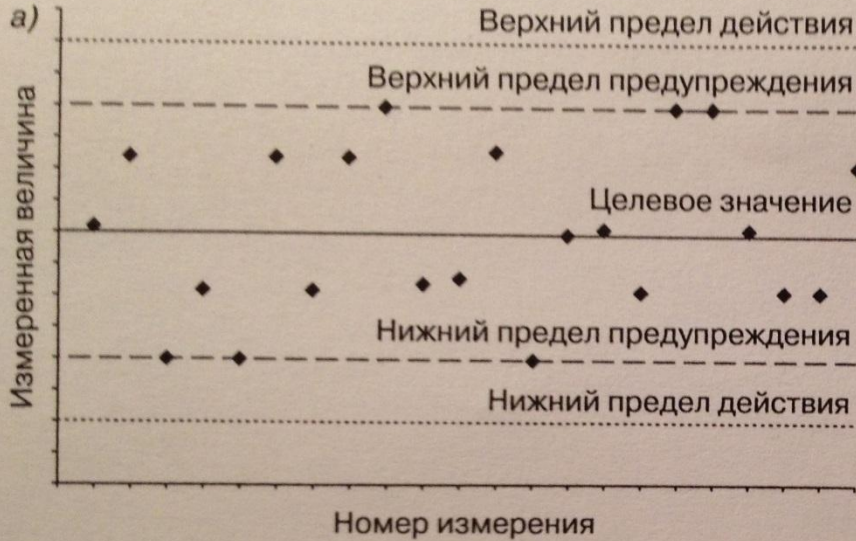
2. По результатам измерений рассчитывается

стандартное отклонение σ , которое используют для расчёта пределов действия ($\pm 3 \cdot \sigma$) и предупреждения ($\pm 2 \cdot \sigma$).

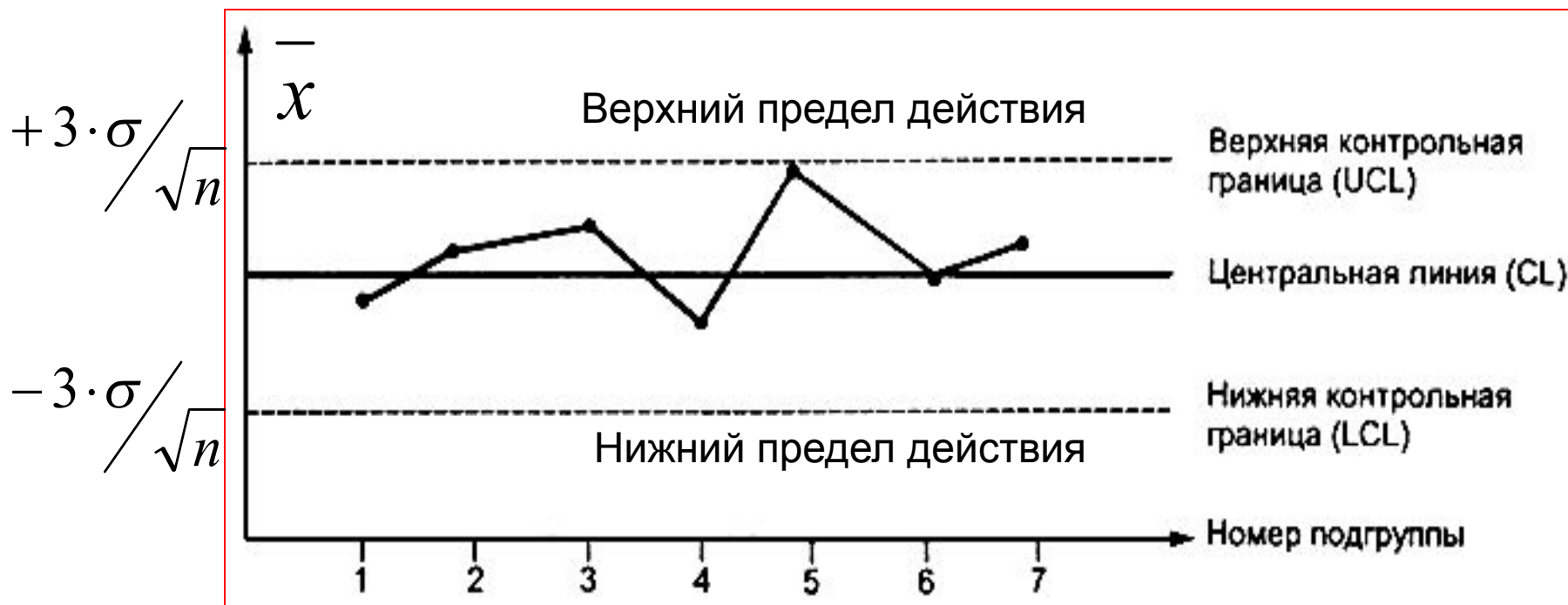


Карты Шухарта, демонстрирующие 4 типа данных:

- а) данные с нормальной вариацией; б) данные смещены относительно целевого значения;
- в) постепенное смещение (дрейф); г) ступенчатое изменение.



Если на карту Шухарта наносят средние значения, то **положение пределов действия и предупреждения** определяют, исходя не из стандартного отклонения σ , а из стандартного отклонения среднего арифметического $\frac{\sigma}{\sqrt{n}}$. Поэтому **пределы предупреждения и действия** – в положениях $\pm 2 \cdot \frac{\sigma}{\sqrt{n}}$ и $\pm 3 \cdot \frac{\sigma}{\sqrt{n}}$.



При использовании контрольных карт следует предпринимать меры каждый раз при выпадении точек за предел действия ($\pm 3\cdot\sigma$) и быть внимательным, когда точки выпадают за предел предупреждения ($\pm 2\cdot\sigma$)

Эти ситуации также указывают на проблемы с измерительной аппаратурой:

- 1) 3 последовательные точки выпадают за предел предупреждения ($\pm 2\cdot\sigma$), но не выходят за предел действия ($\pm 3\cdot\sigma$);**
- 2) 2 последовательные точки выпадают за предел предупреждения ($\pm 2\cdot\sigma$), но не выходят за предел действия ($\pm 3\cdot\sigma$) по одну сторону от линии среднего;**
- 3) 10 последовательных точек – по одну сторону от центральной линии среднего.**

Карты скользящего среднего

На картах Шухарта не всегда легко отличить постепенные или ступенчатые изменения от естественных вариаций, присущих методу.

Карта скользящего среднего облегчает эту задачу путём усреднения естественных вариаций так, что **очевидными оказываются только значительные изменения.**

Схема расчёта и построения карты:

- Усреднение проводят, как правило, по 4-м последовательным величинам ($n = 4$):
- 1 шаг: усредняются результаты первых 4-х измерений – 1, 2, 3, 4, значение наносится на график в виде 1-й точки:
- 2-й шаг: усредняются результаты вторых 4-х измерений – 2, 3, 4, 5, значение наносится на график в виде 2-й точки:
- 3-й шаг: усредняются результаты третьих 4-х измерений – 3, 4, 5, 6, значение наносится на график в виде 3-й точки:

$$x'_1 = X_{1cp} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + x_4}{4}$$

$$x'_2 = X_{2cp} = \frac{x_2 + x_3 + x_4 + x_5}{4}$$

$$x'_3 = X_{3cp} = \frac{x_3 + x_4 + x_5 + x_6}{4}$$

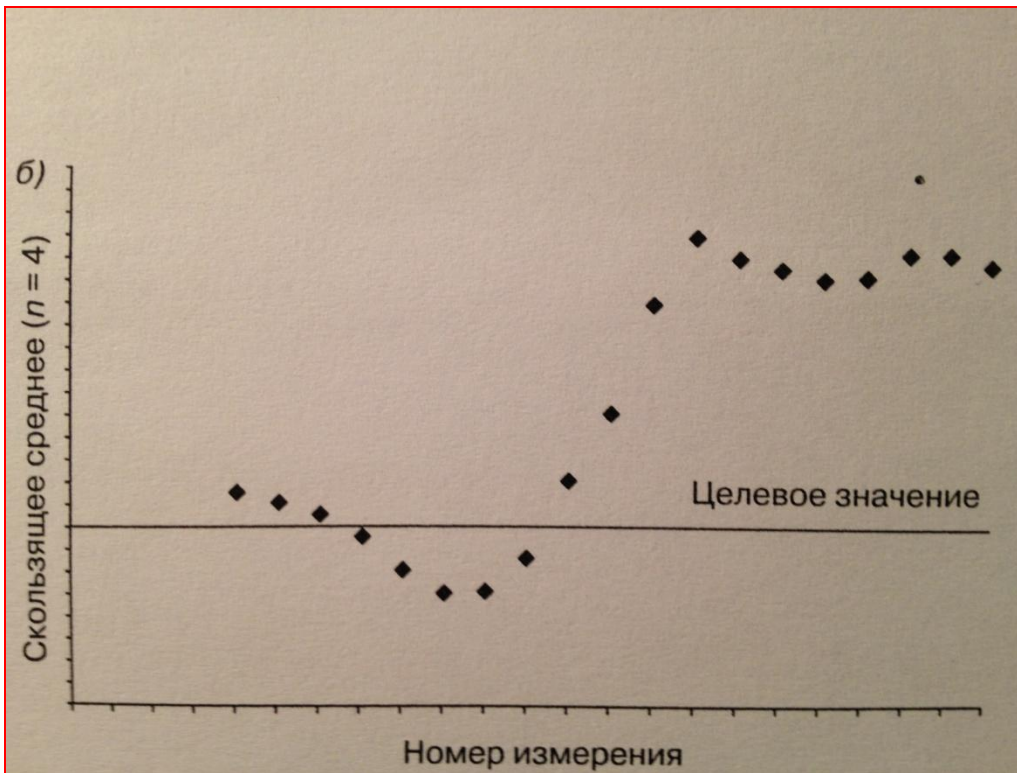
... и так далее... происходит сглаживание экспериментальных данных

Таблица расчёта карты скользящего среднего

Значение	16	16	18	14	16	15	18	17	18
Скользящее среднее ($n = 5$)	—	—	—	—	16,0	15,8	16,2	16,0	16,8
Значение	18	16	18	15	16	17	21	17	21
Скользящее среднее ($n = 5$)	17,2	17,4	17,4	17,0	16,6	16,4	17,4	17,2	18,4
Значение	20	22	19	19	21	22	20	21	20
Скользящее среднее ($n = 5$)	19,2	20,2	19,8	20,2	20,2	20,6	20,2	20,6	20,8
Значение	19	22	21	21	21	22	21	21	—
Скользящее среднее ($n = 5$)	20,4	20,4	20,6	20,6	20,8	21,4	21,2	21,2	—



Карта Шухарта



Карта
скользящего
среднего ($n = 4$)

Карты кумулятивных сумм – по ГОСТ Р 50779-45-2002

Данный вид карты использует все данные, поэтому карта КУСУМ представляет собой наилучший способ обнаружения небольших изменений среднего.

Рассматриваемый процесс характеризуется значением целевой величины T (опорное значение).

- **Схема расчёта и построения карты КУСУМ:**

1) Для каждого нового измерения рассчитывают разность $y_i - T$ между результатом измерения y_i или \bar{y}_i и опорным значением T

2) затем складывают её с промежуточной суммой. Так получают новую промежуточную сумму

$$C_k = \sum_i^k (y_i - T)$$

где y_k - значение наблюдаемой переменной;

T - опорное (или целевое) значение;

3) На карту наносят полученные промежуточные суммы и соответствующие номера последовательных измерений.

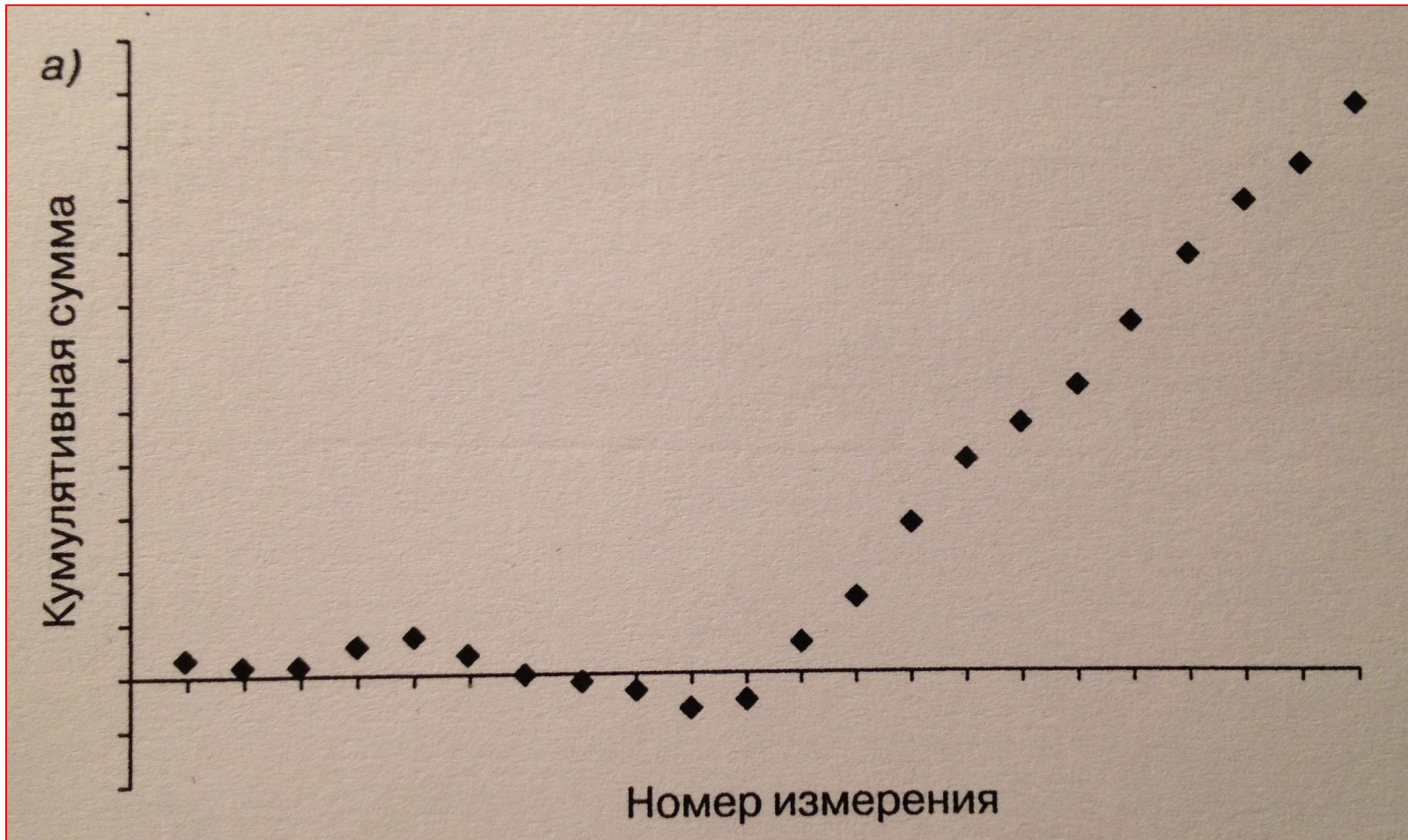
Отложенные на графике промежуточные **суммы разностей** создают **градиент**, направление которого **указывает на то, больше или меньше оперативное среднее целевого значения.**

Таблица расчёта КУСУМ

Значение	16	16	18	14	16	15	18	17	18
Значение — цель	-1	-1	1	-3	-1	-2	1	0	1
<i>CUSUM</i>	-1	-2	1	-4	-5	-7	-6	-6	-5
Значение	18	16	18	15	16	17	21	17	21
Значение — цель	1	-1	1	-2	-1	0	4	0	4
<i>CUSUM</i>	-4	-5	-4	-6	-7	-7	-3	-3	1
Значение	20	22	19	19	21	22	20	21	20
Значение — цель	3	5	2	2	4	5	3	4	3
<i>CUSUM</i>	4	9	1	13	17	22	25	29	32
Значение	19	22	21	21	21	22	21	21	—
Значение — цель	2	5	4	4	4	5	4	4	—
<i>CUSUM</i>	34	39	43	47	51	56	60	64	—

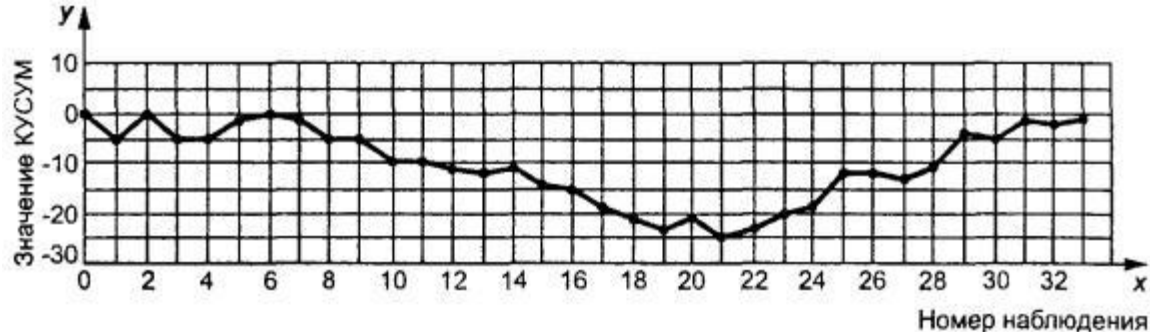
Если измерительная система работает так, что оперативное среднее близко к заданному целевому (опорному) значению, то **градиент КУСУМ близок к нулю**.

Ступенчатое изменение измеряемого параметра на КУСУМ-карте выглядит как **внезапное изменение градиента**.

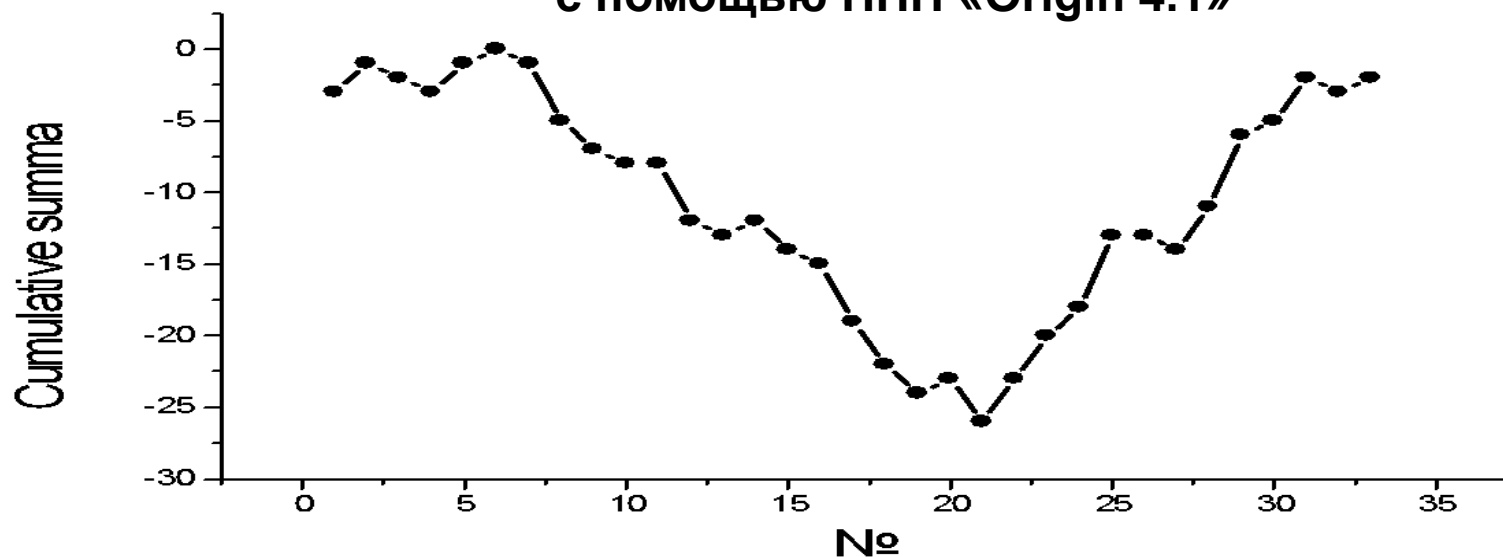


Данные для построения КУСУМ-карты ($T = 15$) – ГОСТ Р 50779.45

Номер наблюдения*	Полученное значение	Отклонение от опорного значения T , равного 15	Кумулятивная сумма отклонений	Номер наблюдения*	Полученное значение	Отклонение от опорного значения T , равного 15	Кумулятивная сумма отклонений
1	12	-3	-3	18	12	-3	-22
2	17	+2	-1	19	13	-2	-24
3	14	-1	-2	20	16	+1	-23
4	14	-1	-3	21	12	-3	-26
5	17	+2	-1	22	18	+3	-23
6	16	+1	0	23	18	+3	-20
7	14	-1	-1	24	17	+2	-18
8	11	-4	-5	25	20	+5	-13
9	13	-2	-7	26	15	0	-13
10	14	-1	-8	27	14	-1	-14
11	15	0	-8	28	18	+3	-11
12	11	-4	-12	29	20	+5	-6
13	14	-1	-13	30	16	+1	-5
14	16	+1	-12	31	18	+3	-2
15	13	-2	-14	32	14	-1	-3
16	14	-1	-15	33	16	+1	-2
17	11	-4	-19				



Вид КУСУМ-карты ($T = 15$), построенной на основе данных таблицы с помощью ППП «Origin 4.1»

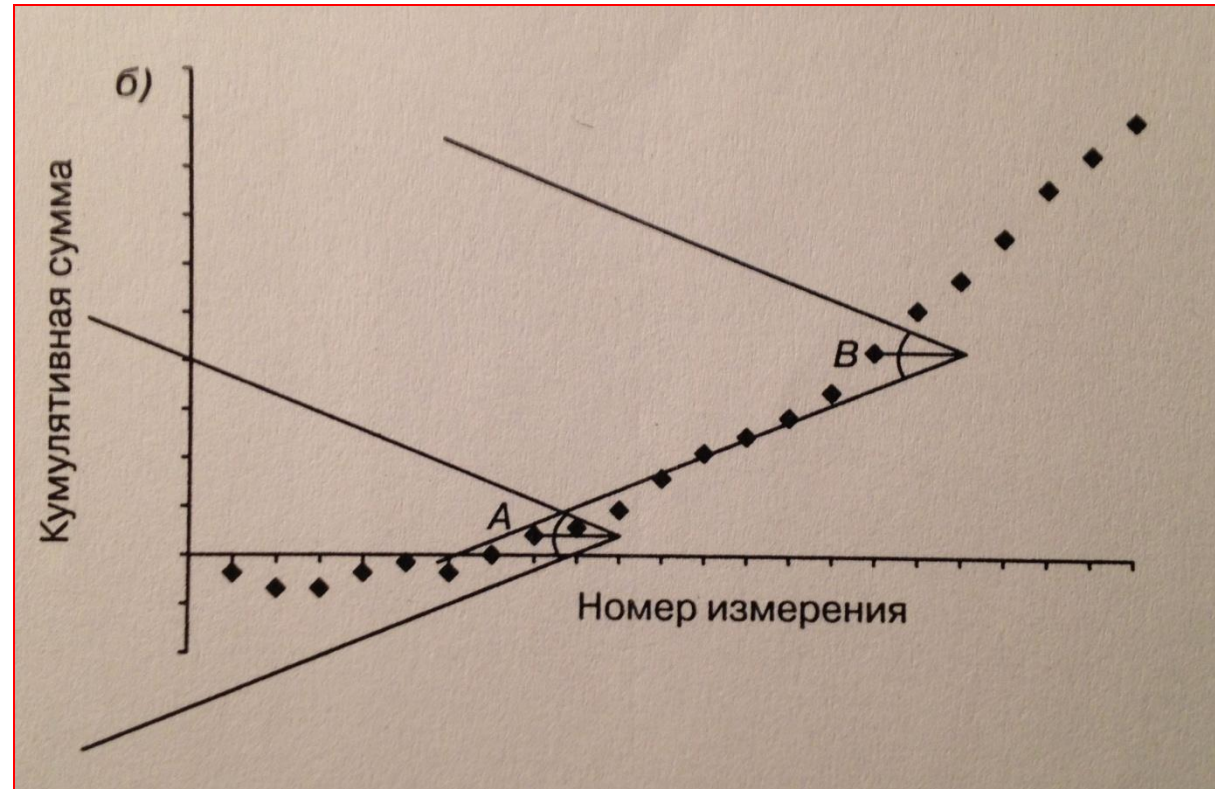
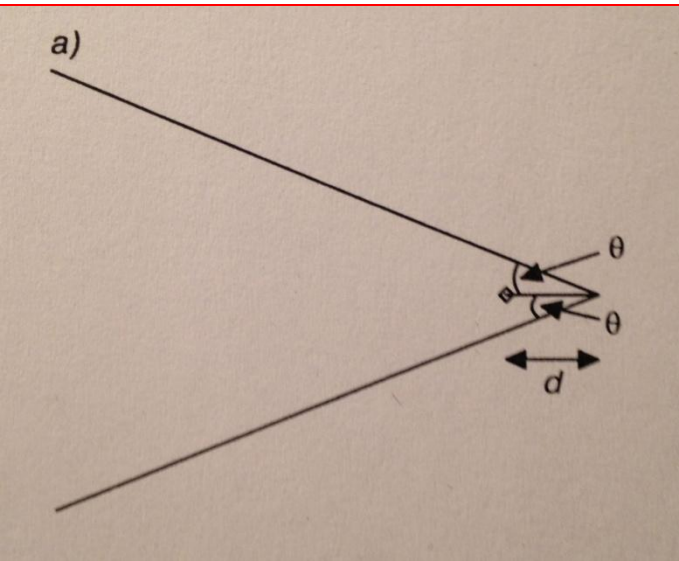


Ступенчатое изменение измеряемого параметра на КУСУМ-карте выглядит как внезапное изменение градиента.

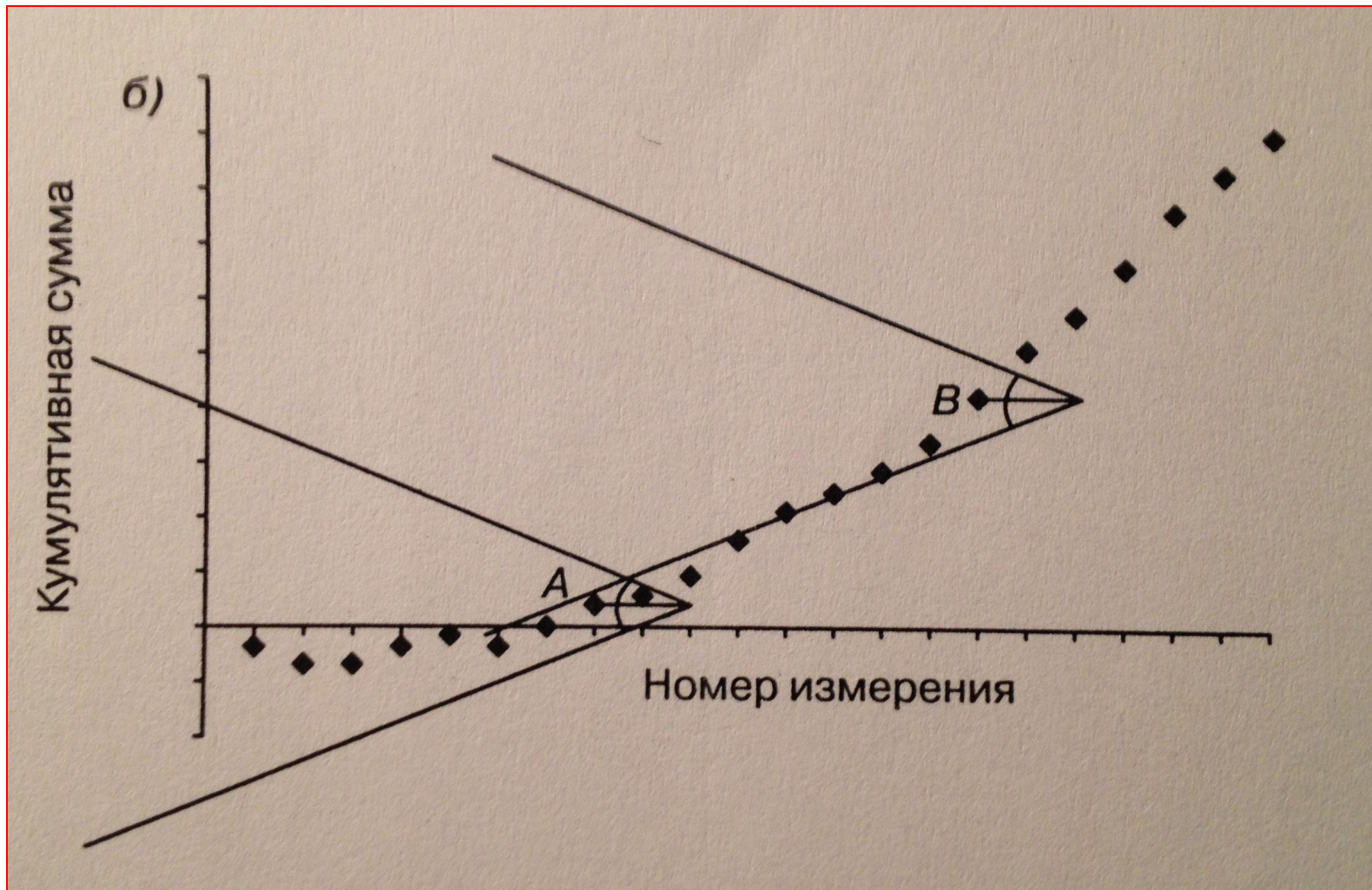
Обычные пределы и линии предупреждения не годятся при интерпретации данных КУСУМ для вывода о том, находится ли система «под контролем»!

Для оценки этого требуется т.н. диаграмма «V-маска».

Данные карты КУСУМ анализируют наложением V-маски на график



Проверяют каждую экспериментальную точку карты наложением левого конца отрезка d поочерёдно (или: по ГОСТу – серединой вертикального отрезка усечённой V-маски).



При проверке: 1). если все предыдущие данные не выпадают за пределы линий маски, то **система находится под контролем.**

2). Если предыдущие данные выпадают за пределы линий маски, то **система вышла из-под контроля.**

Усечённая V-маска – по ГОСТ Р 50779.45-2002

- Основное правило принятия решений заключается в построении на КУСУМ-карте V-маски и определении значимых изменений при выходе точек кривой КУСУМ за линии V-маски.

- **Наиболее распространенная - усеченная V-маска.**

Обозначения:

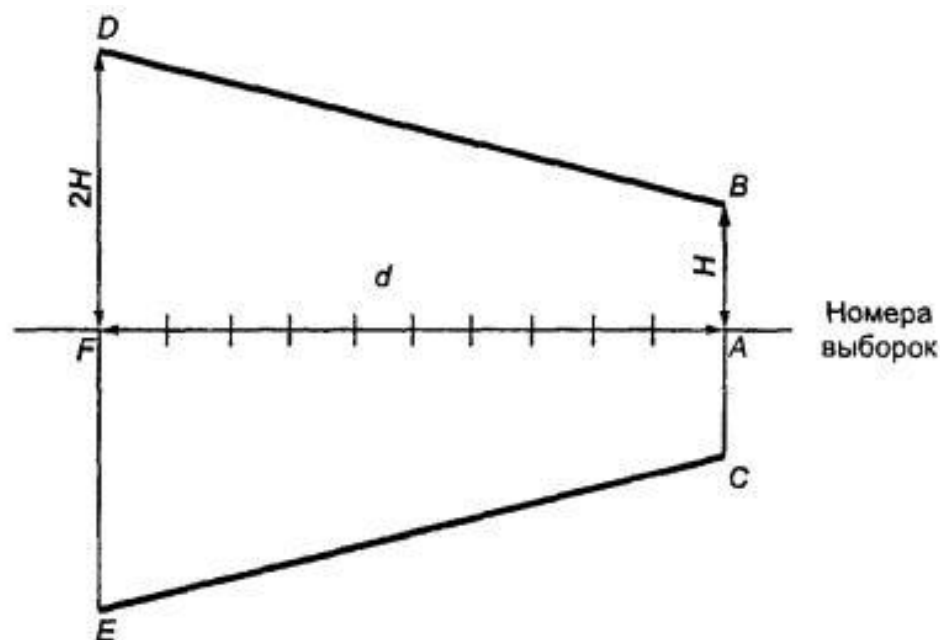
$H = AB = AC = 5 \cdot \sigma$ - интервалы решений;

$2 \cdot H = DF = FE =$

$10 \cdot \sigma;$

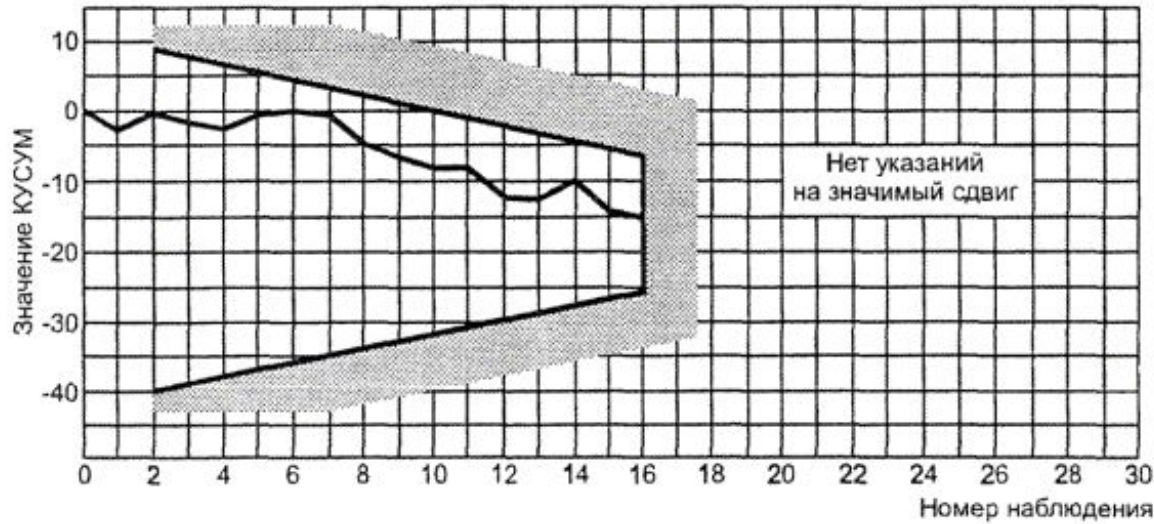
$d = 10$ – число выборочных интервалов;

CE и BD – разрешающие линии.

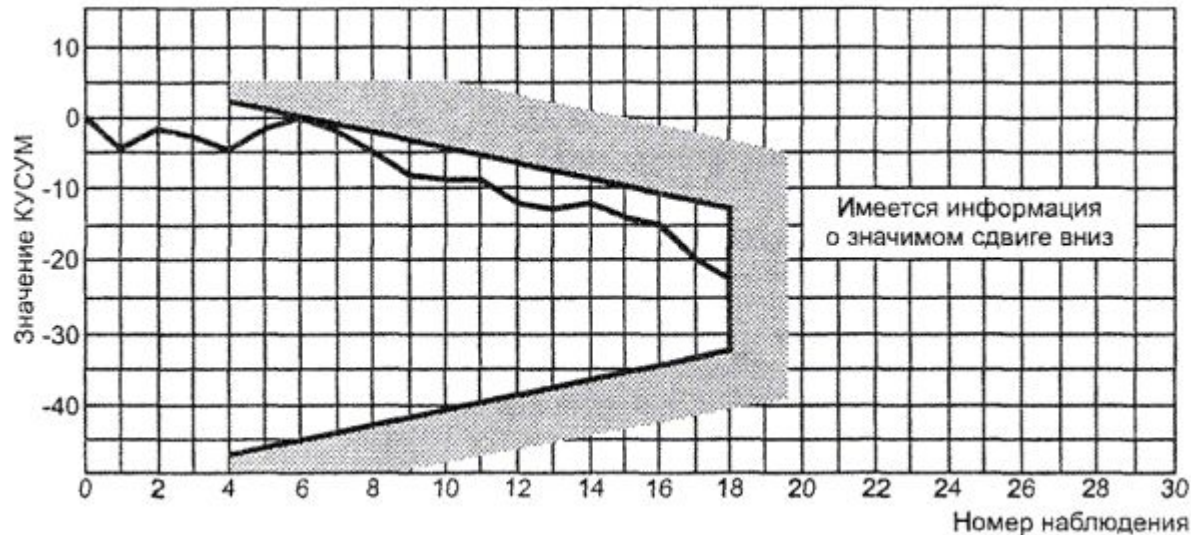


Схематическое изображение усеченной V-маски или шаблона V-маски приведено на рисунке. Отрезки AB и AC называют интервалами решений и обозначают H , а линии BD , CE - разрешающими линиями.

Шаблон усеченной V-маски, наложенный на КУСУМ-карту
(нет указаний на значимый сдвиг при $T = 15$, $\sigma = 2.0$)



Шаблон усеченной V-маски, наложенный на КУСУМ-карту
(имеется указание на значимый сдвиг при $T = 15$, $\sigma = 2.0$)



В случае управления (корректировки) процесса после нанесения номера наблюдения 18 и получения сигнала при наложении шаблона следует провести управляющее действие.

Для определения правильной регулировки, рекомендуется провести оценку нового среднего уровня \bar{y} по формуле:

$$C_{18} = -22, C_6 = 0;$$

$$\bar{y} = 15 + \frac{-22 - 0}{18 - 6} = 13,16$$

Контрольные карты для контроля прецизионности результатов измерений

- **Контрольная карта размахов**

- Каждый раз при анализе ОКК следует проводить **параллельные измерения**;
- Параллельные измерения должны быть **полностью независимыми**, т.е. пройти полную проверку согласно методике;
- Для каждой группы параллельных измерений рассчитывается **размах** как разность максимального и минимального значений в группе $|x_{\max} - x_{\min}|$;
- Величины размахов последовательно **наносят на карту**;
- Определяют **среднюю величину размахов** – средняя линия на карте.
- **Верхний и нижний пределы действия ($\pm 3 \cdot \sigma$)** рассчитывают путём умножения **средней величины размаха на множитель** (таблица), зависящий от числа измерений.

Карта размахов

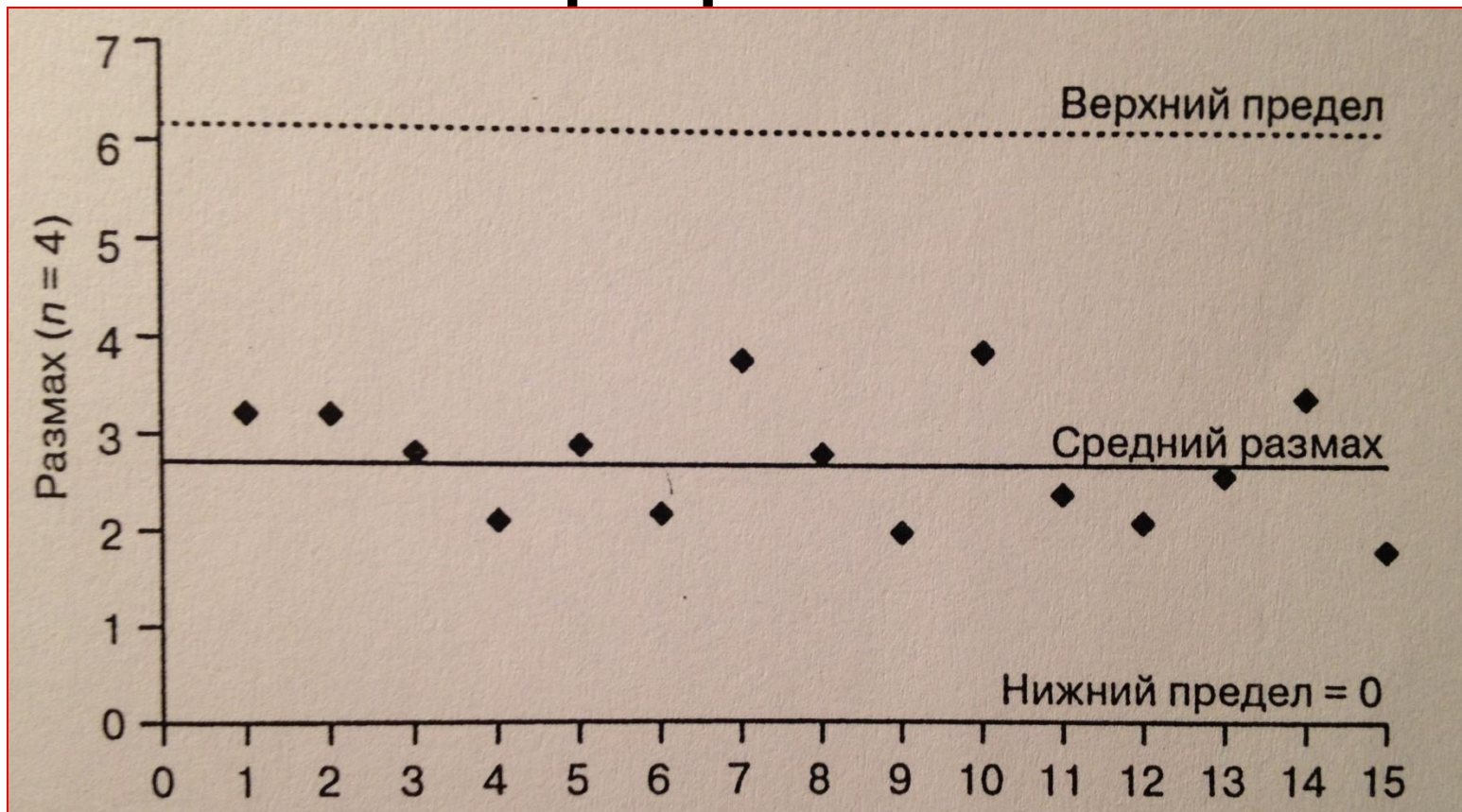


Таблица 6.3. Коэффициенты для расчета контрольных пределов для карты размахов с нижним пределом = 0

Количество параллельных измерений (n)	Верхний предел
2	3,267
3	2,574
4	2,282
5	2,114

Переход на презентацию 2