

Zastosowanie metod odpornościowych w analizie dokładności pomiarów międzylaboratoryjnych (2)

Ocena niepewności pomiarów metodą odporną Algorytm S

Zygmunt Lech Warszawa

Przemysłowy Instytut Automatyki i Pomiarów, Al. Jerozolimskie 202, 02-486 Warszawa, PL

Evgeniy T. Volodarsky

Narodowy Techniczny Uniwersytet Ukrainy „Politechnika Kijowska”, 03056 Kijów, Al. Pobedy 37, UA

Streszczenie: W artykule omówiono iteracyjną metodę odporną Algorytm S. Stosuje się ją do oszacowania precyzji określonej metody pomiarowej na podstawie wyników badań jednorodnych obiektów w wielu akredytowanych laboratoriach, gdy oceny dokładności pomiarów w niektórych z nich są odstające. Wypadkową odporną ocenę dokładności badanej metody znajduje się na podstawie oszacowania niepewności lub rozstępu wyników pomiarów tą metodą w każdym z laboratoriów, bez odrzucania danych odstających. Rozważania zilustrowano przykładem liczbowym.

Słowa kluczowe: odporne statystyki, wartości odstające, outlier, niepewność pomiaru, wspólny eksperyment

1. Wprowadzenie

W części pierwszej artykułu [15] omówiono dwie metody odporne: przeskalowanego odchylenia medianowego MAD_s i iteracyjną Hubera nazwaną w normach PN-ISO 5725-5 i PN-ISO 13528 [2, 3] jako Algorytm-A oraz podano przykłady liczbowe ich wykorzystania do analizy porównań międzylaboratoryjnych. W części drugiej omówione zostaną podstawowe zależności drugiej z metod odpornych (podanych w tych normach) o nazwie Algorytm S. Metoda ta jest stosowana do wyznaczania wypadkowej odpornej oceny niepewności dla zbioru niezależnych wyników badań, na podstawie standardowych niepewności lub zakresów (rozstępów, błędów granicznych) rozrzutu danych pomiarowych dla poszczególnych badań. Dotyczy to głównie tych przypadków, gdy liczba badań nie jest duża a dla części z nich otrzymano wartości odstające, tzw. outliery. Do ilustracji działania metody Algorytm S zostanie wykorzystany przykład liczbowy inny niż w części 1 dla metody

Algorytm A [10–15]. Precyzję metody pomiarowej oceniono na podstawie niepewności wyników pomiaru otrzymanych badaną metodą na podstawie tej samej procedury, w kilku akredytowanych laboratoriach uczestniczących we wspólnym eksperymencie. Badania są realizowane dla tego samego obiektu fizycznego lub dla obiektów jednorodnych. W przypadku odstających wartości niektórych niepewności, prowadząc tradycyjne obliczenia na podstawie danych wszystkich laboratoriów, otrzymane zostanie wypadkowe większe wspólne odchylenie standardowe, a po odrzuceniu wartości odstających – mniejsze, ale i o mniejszej wiarygodności (mniejsza liczba danych). Obie wartości zwykle są dalekie od odchylenia standardowego σ hipotetycznej populacji wartości niepewności laboratoriów. Natomiast za pomocą metody odpornej Algorytm S można uzyskać wartość pośrednią, która jest bardziej zbliżona do σ i jej wiarygodność jest większa, gdyż odpowiada liczbie wszystkich laboratoriów uczestniczących w międzylaboratoryjnym eksperymencie porównywania.

2. Badania dokładności metody pomiarowej w porównaniu międzylaboratoryjnym

Jakość produktów oceniana jest na podstawie wiarygodnych wyników badań ich parametrów w upoważnionych, czyli akredytowanych laboratoriach. Mogą one znajdować się w różnych, nawet bardzo odległych od siebie miejscach. Aby uniknąć

Autor korespondujący:

Zygmunt Lech Warszawa, zlw1936@gmail.com

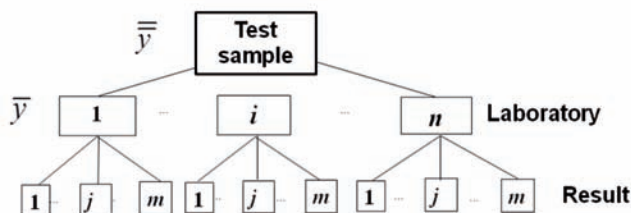
Artykuł recenzowany

nadesłany 30.03.2017 r., przyjęty do druku 01.06.2017 r.



Zezwala się na korzystanie z artykułu na warunkach licencji Creative Commons Uznanie autorstwa 3.0

niespójnych wyników tworzy się jednolite systemowe ujęcie w postaci przepisów międzynarodowo akceptowanych, które normują metody oraz procedur badań w takich laboratoriach [2, 3]. Dzięki prowadzeniu badań tą samą metodą, według identycznej procedury o oszacowanej dokładności i w określonych warunkach, uzyskuje się porównywalność wyników pomiarów w tych laboratoriach. Ustalenia obejmują też wielostopniowe przygotowanie obiektu badań [9]. W procesach certyfikacji i weryfikacji metody badań uwzględnia się zależność dokładności od zmian warunków pomiaru i od specyfiki organizacji eksperymentu w danym laboratorium. Tego zadania zwykle nie można rozwiązać analitycznie, gdyż nie jest znany model matematyczny opisujący zależności wielkości mierzonych od właściwości badanego obiektu, warunków i sposobu jego pomiarów. Rozwiązaniem stosowanym w praktyce jest wykonanie wspólnego eksperymentu (ang. *interlaboratory comparison*) w szeregu akredytowanych laboratoriach o zbliżonym poziomie merytorycznym i specjalizujących się w danego rodzaju badaniach oraz uśrednienie wyników tych badań. Jest to eksperymentalna realizacja modelu statystycznego dla badań daną metodą o określonej procedurze i w określonych warunkach. Organizację badań międzylaboratoryjnych przedstawiono na rysunku 1.



Rys. 1. Schemat organizacji eksperymentu międzylaboratoryjnego
Fig. 1. Diagram of the organization of the interlaboratory experiment

Do eksperymentu międzylaboratoryjnego zwykle wybiera się laboratoria o zbliżonej powtarzalności wyników badań. Jednakże z powodów obiektywnych, w niektórych z nich powtarzalność może być gorsza. Dotyczy to w szczególności nowych metod, gdy nie wszystkie laboratoria mają wystarczające doświadczenie w jej realizacji.

Oblicza się wartości średnie \bar{y}_i wyników badań w każdym z laboratoriów i ogólną wartość średnią \bar{y} . Wynoszą one odpowiednio:

$$\bar{y}_i = \frac{1}{m} \sum_{j=1}^m y_j \quad (1)$$

$$\bar{y} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \bar{y}_i \quad (2)$$

Dla wyników każdego z laboratoriów oblicza się też wariancję $s_{w_i}^2$

$$s_{w_i}^2 = \frac{1}{m-1} \sum_{j=1}^m (y_j - \bar{y}_i)^2 \quad (3)$$

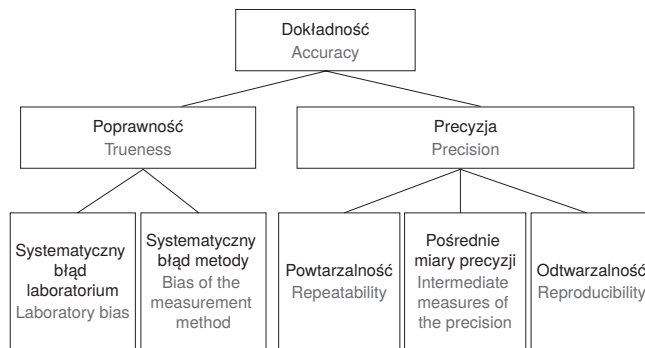
Ocenę rozrzutu wszystkich wyników charakteryzuje wariancja ich powtarzalności s_r^2

$$s_r^2 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n s_{w_i}^2 \quad (4)$$

W każdym z laboratoriów bada się obiekty jednorodne i stosuje się tę samą procedurę pomiarową. Rozrzut wartości wyników pomiarów między laboratoriami ocenia się przez estymatę s_L^2 wariancji σ_L^2 jako

$$s_L^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (\bar{y}_i - \bar{y})^2 \quad (5)$$

W przepisach międzynarodowych dotyczących badań laboratoryjnych [2–4], do opisu dokładności metod i wyników pomiarów stosuje się terminologię wywodzącą się z analizy chemicznej. Uwzględnia ona podstawowe źródła powstawania niepewności wyniku pomiaru. Przedstawiono to w postaci schematu na rys. 2.



Rys. 2. Miary dokładności metod pomiarowych
Fig. 2. Measures of the accuracy of measurement methods

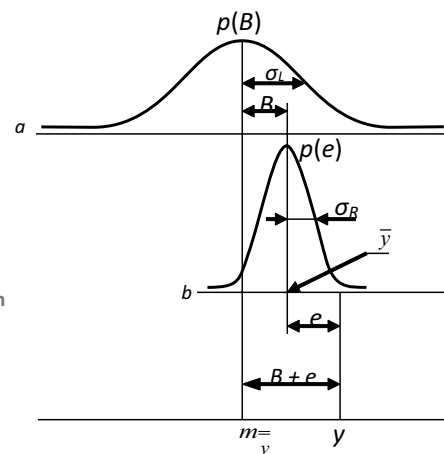
Używana tu jest inna terminologia niż powszechnie stosowana obecnie w pomiarach według Przewodnika GUM [1]. I tak, na przykład poprawność (ang. *trueness*) to heurystyczne oszacowanie szerokości przedziału, w którym może znajdować się wartość średnia wyniku pomiarów wskutek oddziaływań systematycznych o nieznanych wartościach, a więc i nieusuwalnych przez poprawki. Według Przewodnika GUM, jest to niepewność typu B. Natomiast precyzja (ang. *precision*) i niepewność typu A, wg Przewodnika GUM, jako wyznaczane metodami statystycznymi, są swoimi odpowiednikami.

W zależności od rodzaju badań stosuje się odpowiedni model opisu ocen wartości mierzonych i jego parametrów dokładności. Wynik wspólnych pomiarów ze wszystkich laboratoriów wyraża zależność [5, 16]

$$y = m_{\bar{y}} + B + e \quad (6)$$

gdzie: $m_{\bar{y}} = \mu + \delta$ – wartość średnia wyników pomiarów ze wszystkich laboratoriów; δ – składowa poprawności wyniku, tj. przesunięcie wartości średniej wskutek niedoskonałości procedury badań; B – składnik poprawności wyniku pomiaru w warunkach odtwarzalności; e – losowa składowa błędów pomiarów w warunkach powtarzalności.

Związek parametrów tego modelu statystycznego przedstawiono na rys. 3.



Rys. 3. Podstawowy model statystyczny opisujący wynik pomiaru w badaniach laboratoryjnych
Fig. 3. Basic statistical model of the measurement result used in interlaboratory experiments

Model utworzony na podstawie wyników pomiarów we wszystkich laboratoriach formalizuje precyzję metody i jej procedurę. Wyniki badań w laboratoriach tworzą wspólną próbkę danych o wariancji σ_R^2 . Jest ona sumą geometryczną składowych określających powtarzalność, tj.

$$\sigma_R^2 = \sigma_L^2 + \sigma_r^2 \quad (7)$$

Składnik σ_L^2 to wariancja dla rozrzutu wyników pomiaru obiektów jednorodnych w poszczególnych laboratoriach przy stosowaniu tej samej procedury dla danej metody. Rozrzuty te wynikają z dopuszczalnych różnic w organizacji procesu badań. Składnik σ_r^2 jest zaś wariancją opisującą średni rozrzut wyników badań pod wpływem zmian wielkości oddziałujących losowo w granicach dopuszczalnych przez obowiązujące normy.

3. Szacowanie statystycznych parametrów powtarzalności wyniku badań

Celem omawianych dalej porównań międzylaboratoryjnych jest oszacowanie i standaryzacja wariancji opisującej powtarzalność wyników uzyskiwanych badaną metodą pomiarową w różnych laboratoriach akredytowanych. Konieczne jest wyznaczenie łącznego rozkładu wariancji uzyskanych przez poszczególne laboratoria uczestniczące we wspólnym eksperymencie. Pozwalają one uwzględnić wpływ możliwych kombinacji zmian warunków w granicach dopuszczalnych dla badań tą metodą. W wielu przypadkach w praktyce trzeba wykonać oddzielne szacunki dla różnych ograniczeń (np. koszt lub czas trwania eksperymentu, badania niszczące) jedynie na podstawie małej liczby obserwacji pomiarowych. Otrzymane ich wartości zwykle są rozłożone asymetrycznie i mogą znacznie odbiegać od rozkładu Gaussa. Według testu C Cochra, niektóre z tych obserwacji można uznać za dane odstające, czyli outliery. Takie dane należy usunąć z przetwarzania statystycznego. Podejście takie można zaakceptować, gdy poszukuje się wartości średniej [5–8]. Jednak celem omawianego eksperymentu jest ocena dopuszczalnego rozproszenia (niepewności) wyników z laboratoriów na podstawie otrzymanych danych doświadczalnych. Ocenę tę wykorzystuje się do standaryzacji powtarzalności procedury badań wykonywanych kontrolowaną w tym eksperymencie metodą. Zastosowanie metod odpornych, jako opartych na wszystkich dostępnych danych doświadczalnych, daje bardziej wiarygodne oszacowanie statystyczne rzeczywistego rozproszenia wyników. Do uzyskania stabilnego oszacowania wariancji powtarzalności tych wyników (czyli ich precyzji) bardziej odpowiednia jest metoda odporna Algorytm S [2]. Warunkiem jej realizacji jest równe zeru przesunięcie oceny średniej S_j wariancji wyników z laboratoriów, czyli poprawności otrzymanej metodą odporną. Ocena ta, w każdym j -tym kroku iteracji, zbliża się do standardowego odchylenia σ rozkładu normalnego dla rzeczywistych danych doświadczalnych. Do oszacowania przesunięcia wariancji próbki wprowadza się współczynnik dopasowania ξ , dla którego powinien zachodzić warunek

$$E\left\{\left(\xi s^*\right)^2\right\} = \sigma^2 \quad (8)$$

Odporna ocena odchylenia standardowego s^* powinna być stabilna z pewnym prawdopodobieństwem, tj. zawierać się w określonych granicach. Wprowadza się więc ograniczenie $\eta\sigma$ maksymalnego odchylenia s^* od σ rozkładu preferowanego

$$P\left\{s^* > \eta\sigma\right\} = \alpha \quad (9)$$

gdzie: σ – odchylenie standardowe populacji o rozkładzie normalnym, która odpowiadałaby danym doświadczalnym przy założeniu ich czystego rozkładu normalnego; η – współczynnik ograniczający, zależny od liczby danych w próbce; $P_1 = (1-\alpha)$ – prawdopodobieństwo spełnienia warunku ograniczenia dopuszczalnego oszacowania odchylenia standardowego S^* dla oczekiwanego rozkładu normalnego.

Wartości współczynników, dopasowującego ξ i ograniczającego η , wyznacza się zwykle dla $\alpha = 0,1$. Wykorzystuje się tu przecinanie się skumulowanych krzywych rozkładów jednodalnych w pobliżu punktu o prawdopodobieństwie 0,9. Należy zbadać analitycznie to podejście i ocenić jego skuteczność. Współczynnikowi η odpowiada górna wartość $(1-\alpha) \cdot 100\%$ rozkładu opisyującego rozrzut odchylenia standardowego s^* . Oceną rozrzutu może być odchylenie standardowe tego rozkładu. Dla liczby elementów n w próbce zależy ono od liczby stopni swobody $\nu = n - 1$. Uwzględnia się to, mnożąc obie strony równania (3) przez ν i uzyskuje

$$E\left\{\nu\left(\frac{s^*}{\sigma}\right)^2\right\} = \frac{\nu}{\xi^2} \quad (10)$$

lub

$$E\left\{\chi_{\nu}^2\right\} = \frac{\nu}{\xi^2} \quad (11)$$

Według (9) zastępcze prawdopodobieństwo górnego ograniczenia zmiennej c_2 równa się

$$P\left\{\chi_{\nu}^2 > \nu \cdot \eta^2\right\} = \alpha \quad (12)$$

Ogon rozkładu χ^2 , zawierający $\alpha \cdot 100\%$ wartości danej zmiennej losowej, można aproksymować rozkładem równomiernym o gęstości $\nu \times \eta^2$ (rzędna początkowa). Stąd

$$\int_{\nu \cdot \eta^2}^{+\infty} x \cdot p_{\chi^2}(x) dx = \alpha \cdot \nu \cdot \eta^2 \quad (13)$$

Z tablic rozkładu Pearsona [16] znajduje się wartość $\chi_{\nu, P=1-\alpha}^2$, a następnie współczynnik ograniczający η , dla którego zachodzi warunek (4). Stąd

$$\eta^2 = \frac{\chi_{\nu, P=0,1}^2}{\nu} \quad (14)$$

Wychodząc z zależności $P\left(\chi_{\nu}^2 \leq \nu \cdot \eta^2\right) = 1 - \alpha$, dla głównej części rozkładu znajduje się w tablicach wartość z odpowiadającą danemu prawdopodobieństwu. Stąd

$$\xi = \frac{1}{\sqrt{z + 0,1\eta^2}} \quad (15)$$

Jest to współczynnik dopasowania, przy którym dla wybranego współczynnika ograniczającego η , odporna ocena odchylenia standardowego nie będzie przesunięta.

W realizacji algorytmu iteracyjnego dla oszacowania odpornego odchylenia standardowego, wartości k ustalającej odchylenie lokalne odpowiada

$$\psi_j = \eta s_j^* \quad (16)$$

gdzie: s_j^* – odporne oszacowanie odchylenia standardowego dla j -tego kroku iteracji.

Z uporządkowanego szeregu ocen wariancji wyników pomiarów w laboratoriach uczestniczących w eksperymencie, jako

¹ W tekście gwiazdką * oznacza się oszacowania odporne.

ocenę początkową odchylenia standardowego przewidywanej populacji normalnej wybiera się medianę, czyli

$$s_0^{*2} = med \{s_i^{*2}\} \tag{17}$$

gdzie $i = 1, \dots, n$ – kolejny numer wyrazu w uporządkowanym szeregu badań laboratoryjnych.

Kolejnym krokiem jest obliczenie laboratoryjnego odchylenia standardowego zgodnie z zależnością

$$s_j^* = \begin{cases} \psi_j & \text{gdy } s_i > \psi_j \\ s_i & \text{w innych przypadkach} \end{cases}, \quad j = 0, 1, \tag{18}$$

Na podstawie wartości ψ_j znalezionej w bieżącym kroku, modyfikuje się wartości zbioru rozpatrywanych odchylen s_{ij}^* , a następnie uściśla oszacowanie odporne odchylenia standardowego powtarzalności

$$s_{j+1}^* = \xi \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (s_{ij}^*)^2}{n}} \tag{19}$$

gdzie: s_{ij}^* – odporne oszacowanie odchylenia standardowego w j -tym kroku dla i -tego laboratorium uczestniczącego w eksperymencie (n – liczba laboratoriów).

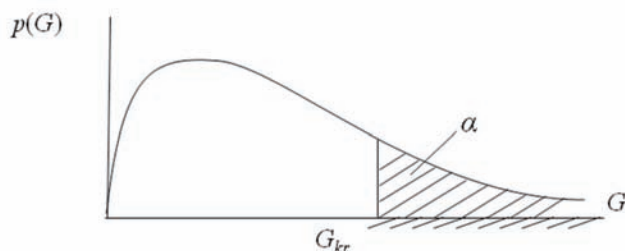
Obliczoną wartość s_{j+1}^* wykorzystuje się do wyznaczenia nowej wartości granicznej ψ_{j+1} . Procedura iteracyjna trwa dotąd, aż wszystkie odchylenia standardowe dla pomiarów w laboratoriach znajdują się w granicach dopuszczalnych przedziałów ograniczających.

Wariancje $s_{w_1}^2, s_{w_2}^2, \dots, s_{w_n}^2$ wyników z poszczególnych laboratoriów, ze wzoru (3), wykorzystuje się w teście C Cochran, za pomocą którego ocenia się stosunek

$$G_p = \frac{s_{w_{i_{max}}}^2}{\sum_{i=1}^n s_{w_i}^2} \leq G_k(\alpha, m, n) \tag{20}$$

Estymatę wariancji powtarzalności opisuje wzór

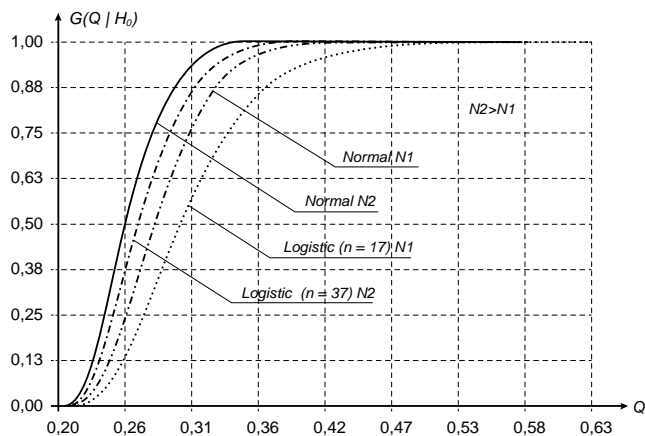
$$s_r^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^{n-1} s_{w_i}^2.$$



Rys. 4. Prawdopodobieństwo $p(G)$ obliczone z rozkładu F, G_{kr} – wartość krytyczna, α – poziom istotności, n – liczba zbadanych serii danych, m – liczba danych w serii

Fig. 4. Probability $p(G)$ computed from the F-distribution, G_{kr} – critical value, α – significance level, n – the number of considered data series, m – the number of data points per data series

Zastosowanie testu C Cochran pozwala stwierdzić, czy dane eksperymentalne należą do populacji generalnej o rozkładzie normalnym. Jednak doświadczenie wykazało, że założenie to nie zawsze jest spełnione. Ponadto zmniejszenie wielkości próby powoduje, że statystyczna wiarygodność tej hipotezy decyzyjnej jest zmniejszona. Rodzaj rozkładu stosunku (20), jak pokazano na rys. 5, sugeruje, że należy rozważyć też odstępstwo rozproszenia danych próbki od rozkładu normalnego.



Rys. 5. Funkcje rozkładu parametru $G(20)$ – obserwacje próbki podlegają różnym rozkładom normalnym i logistycznym [22]

Fig. 5. The distribution functions of $G(20)$ – the sample observations belong to different distributions: normal and logistic [22]

4. Przykład liczbowy

Do wspólnego eksperymentu wybrano 9 laboratoriów o dużym doświadczeniu w tego typu badaniach. W każdym z nich zbadano po dwa jednorodne obiekty fizyczne. Bezwzględne różnice wyników w i -tym laboratorium wynoszą

$$w_i = |x_{i1} - x_{i2}|, \quad i = \overline{1, n},$$

gdzie: x_{i1}, x_{i2} – wyniki dwu eksperymentów w i -tym laboratorium.

Wartości rozbieżności w_i dla wszystkich laboratoriów były następujące:

$$w_1 = 0,28; w_2 = 0,49; w_3 = 0,40; w_4 = 0,00; w_5 = 0,35;$$

$$w_6 = 1,98; w_7 = 0,80; w_8 = 0,32; w_9 = 0,95.$$

Wariancja różnicy dwu wyników z i -tego laboratorium wynosi $s_i^2 = \frac{1}{2} |x_{i1} - x_{i2}|^2$.

Ocena powtarzalności rozpatrywana jest dla $\sum_{i=1}^n w_i^2$.

Na podstawie otrzymanych danych średniokwadratowa rozbieżność

$$w_0 = \sqrt{\frac{1}{9} \sum_{i=1}^9 w_i^2} = 0,827.$$

Analizując wartości bezwzględnych różnic w_i można zauważyć, że wartość $w_6 = 1,98$ znacznie różni się od pozostałych. Hipotezę o statystycznie odstającym wyniku w laboratorium nr 6 (różnica $w_6 = 1,98$) sprawdza się za pomocą testu C Cochran. Z tablic [16] (lub z tablic dostępnych w Internecie) otrzymuje się

$$G_p = \frac{1,98^2}{6,1663} = 0,636.$$

Z tabeli rozkładu typu G [15] (lub z tablic dostępnych w Internecie), znajduje się wartości krytyczne: $G_{kr}(5\%) = 0,638$ i $G_{kr}(10\%) = 0,754$. Tak więc G_p dla w_6 leży tuż poniżej dolnej granicy dopuszczalnego przedziału i w_6 należy traktować jako quasi-outlier. Według klasycznych reguł rozbieżność $w_6 = 1,98$ należałoby pominąć w dalszym statystycznym przetwarzaniu danych. Wówczas dla $n = 8$ otrzyma się pozornie „bardziej precyzyjne” odchylenie standardowe $w'_0 = 0,530$. Jest ono znacznie mniejsze ($w'_0 = 0,64w_0$) niż wartość w_0 obliczona ze

Tabela 1. Zastosowanie odpornego Algorytmu S do oceny rozbieżności precyzji badanej metody pomiarowej w porównaniach międzylaboratoryjnych

Table 1. Use of the robust Algorithm S to evaluate the discrepancy of the tested method on the basis of interlaboratory comparisons

Iteracja j	0	1	2	3	4	5
ψ_j	–	0,66	0,86	1,00	1,09	1,12
w_1^*	0,00					
w_2^*	0,28					
w_3^*	0,32					
w_4^*	0,35					
w_5^*	0,40					
w_6^*	0,49					
w_7^*	0,80	0,66	0,80			
w_8^*	0,95	0,66	0,86	0,95		
w_9^*	1,98	0,66	0,86	1,00	1,09	1,12
Średniokwadratowe odchylenie w_j^*	0,83	0,47	0,56	0,60	0,62	0,62
Nowe wartości w^*	0,40	0,52	0,61	0,66	0,68	0,68

wszystkich ($n = 9$) źródłowych danych. Z tych dwu oszacowań wynika, że wykluczenie ze źródłowych danych jednej tylko różnicy, leżącej na granicy oddzielającej outliery, ma istotny wpływ na wynik analizy, tj. na ocenę odchylenia standardowego charakteryzującego rozrzut powtarzalności testowanej procedury pomiarowej. Można tu zastosować jedną z metod odpornych, która wykorzystuje wszystkie eksperymentalne dane, a więc również odstające, ale modyfikując je. Ocenę powtarzalności odchylenia standardowego badań daną metodą pomiarową, czyli oszacowanie jej precyzji w oparciu o wyniki uzyskane we wszystkich ($n = 9$) laboratoriach uczestniczących w porównaniach międzylaboratoryjnych umożliwia opisana tu metoda odporna Algorytm S [1, 2].

W kolumnie $j = 0$ (tabela 1) umieszczono różnice bezwzględne w_i dwu wyników otrzymanych w każdym z laboratoriów. Są one uporządkowane kolejno zgodnie z rosnącymi wartościami i oznaczone symbolem *. Liczba stopni swobody wynosi $\nu = 1$. Wartości obu współczynników, ograniczającego η i dopasowującego ξ według (14) i (15), wynoszą odpowiednio $\eta = 1645$ i $\xi = 1097$. Dane zmodyfikowane w kolejnych krokach procedury iteracyjnej podano w kolumnach $j = (1, 2, \dots)$ tabeli 1.

W pierwszym kroku iteracji wyznacza się

$$\psi_1 = w_5^* \cdot \eta = 0,40 \cdot 1,645 = 0,658 \approx 0,66.$$

Jest to wartość ograniczająca dla tego kroku. Spośród danych surowych należy zmodyfikować $w_{7,0}^*$, $w_{8,0}^*$, $w_{9,0}^*$, gdyż są one większe niż ψ_1 . W ten sposób otrzymano nowy zbiór różnic $w_{i,1}^*$, zapisany w kolumnie 1. Na podstawie tych wartości określa się po kroku 1 iteracji nieprzesuniętą odporną ocenę odchylenia średniokwadratowego

$$w_1^* = \xi \cdot \sqrt{\frac{1}{9} \sum_{i=1}^9 (w_{i,1}^*)^2} = 1,097 \cdot 0,47 = 0,52.$$

Otrzymuje się też nową wartość ograniczającą $\psi_2 = 1,645 \cdot 0,52 \approx 0,86$ i tak dalej.

Już w czwartym kroku otrzymano odporną wartość $w_4^* = 0,68$ różniącą się od $w_3^* = 0,66$ o $(0,02/0,66) \cdot 100\% \approx 3\%$. Jako wynik końcowy można przyjąć $w^* = 0,68$.

Dla danych z przykładu otrzymano następujące wartości średnie:

- z wyników we wszystkich 9 laboratoriach $w_0 = 0,827$,
- po odrzuceniu surowego wyniku w_6 jako outliera $w'_0 = 0,530$,
- za pomocą odpornej metody Algorytm S z 9 wyników $w^* = 0,68$

Wartość w^* znajduje się między dwiema ocenami obliczonymi w sposób tradycyjny, tj. wartością średnią $w_0 = 0,827$ wyników precyzji ze wszystkich 9 laboratoriów i $w'_0 = 0,530$ – dla 8 wyników – po odrzuceniu wartości odstającej jako outliera.

Należy ostatecznie przyjąć jako wspólne odporne odchylenie standardowe

$$s_r = \frac{1}{\sqrt{2}} w^* = \frac{1}{\sqrt{2}} 0,68 = 0,48.$$

Odporne oszacowanie precyzji metody pomiarowej zbadanej w tym eksperymencie międzylaboratoryjnym jest bardziej wiarygodne statystycznie jako uzyskane z wyników we wszystkich 9 laboratoriach niż wyznaczone tradycyjnie po odrzuceniu jednego outliera z wyników tylko w 8 laboratoriach. Stosunek względnych odchyżeń standardowych obu tych niepewności [1] – dodatek E.1, wynosi $\sqrt{7/8} = 0,935$. Ocena precyzji metodą odporną Algorytm S jest o 6,5% dokładniejsza.

5. Podsumowanie

W artykule omówiono pokrótce sposób wyznaczania oceny precyzji badanej metody pomiarowej. Jeśli pełny opisujący ją model nie jest znany, to przeprowadza się tą metodą badania obiektów jednorodnych fizycznie na podstawie tej samej procedury w kilku laboratoriach o podobnych kompetencjach. Można wówczas założyć, że rozrzut wyników modeluje w przybliżeniu zmienna losowa o rozkładzie normalnym. Na podstawie wyników tych badań tworzy się model statystyczny i wyznacza jego precyzję. W pomiarach mogą wystąpić odstające wyniki badań, czyli outliery. Odrzucanie ich z dalszego przetwarzania dla małej liczby pozyskanych eksperymentalnie danych zmniejsza wiarygodność oceny. Wówczas należy zastosować statystyczne metody odporne, w tym Algorytm A i Algorytm S podany w normach PN-ISO [2, 3].

W rozpatrzonym ilustrującym przykładzie numerycznym wartość standardowego odchylenia wyniku badań w jednym

z 9 laboratoriów odstawała od pozostałych, czyli była outlierem i stanowiła zanieczyszczenie danych. Wykonano obliczenia precyzji badań w sposób tradycyjny z odrzuceniem wartości odstającej oraz metodą odporną Algorytm S z wykorzystaniem wszystkich danych doświadczalnych. Otrzymana odporna ocena odchylenia standardowego wspólnego dla wszystkich wyników jest nieco większa od oceny tradycyjnej z odrzuceniem outliera, lecz bardziej wiarygodna statystycznie.

Wnioski końcowe: Ocenę powtarzalności wyników badań prowadzonych zgodnie z określoną procedurą metodą pomiarową podlegającą weryfikacji, czyli ocenę precyzji (niepewności) tej metody uzyskuje się na podstawie międzylaboratoryjnych badań porównawczych. Jeśli otrzyma się w tych badaniach niejednorodne, tj. zanieczyszczone wartościami odstającymi wyniki eksperymentalne, to ocenę precyzji badanej procedury pomiarowej należy szacować metodą odporną Algorytm S, jako bardziej wiarygodną niż metody tradycyjne.

Zbadanie możliwości zastosowania wielu różnych opracowanych dotychczas metod odpornych w pomiarach użytkowych i w badaniach laboratoryjnych to zagadnienie obszerne i aktualne, wykraczające poza ramy tego artykułu. Zagadnienia zastosowania metod odpornych do oceny niepewności pomiarów rozpatrywano w kilku angielskich i polskich publikacjach autora wspólnych z Eugeniuszem Volodarskim i Larysą Koshewą z Kijowa oraz innymi. Przytoczono je w sekcji poświęconej bibliografii na końcu pierwszej pracy z tej tematyki [15] i kolejnych [9–14, 17–21]. Publikacje te zawierają bogatszą bibliografię. Przytoczeni autorzy opublikowali też w języku rosyjskim unikalną monografię o technicznych aspektach akredytacji laboratoriów badawczych. Wydał ją Narodowy Uniwersytet Techniczny VNTU w Winnicy na Ukrainie [23]. Przeznaczona jest dla wszystkich osób zainteresowanych tą tematyką.

Bibliografia

- Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM), revised and corrected version of GUM 1995, BIPM JCGM 100:2008. Tłumaczenie polskie: Wyrażanie Niepewności Pomiaru. Przewodnik. GUM 1995, z komentarzem J. Jaworskiego, Wydawnictwo Głównego Urzędu Miar Alfavero, Warszawa 1999.
- PN-ISO 5725 1-5:2002. Dokładność (poprawność i precyzja) metod pomiarowych i wyników pomiarów. Część 5. *Alternatywne metody wyznaczania precyzji standardowej metody pomiarowej*.
- ISO 13528:2005. Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.
- ISO 21748:2010. *Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation*.
- Willnik R., *What is robustness in data analysis?* „Metrologia”, Vol. 45, Nr 4, 2008, 442–447, DOI: 10.1088/0026-1394/45/4/010.
- Wilrich P.T., *Robust estimates of the theoretical standard deviation to be used in interlaboratory precision experiments*, „Accreditation and Quality Assurance”, Vol. 12, Iss. 5, 2007, 231–240, DOI: 10.1007/s00769-006-0240-7.
- Piotrowski J., Kostyrko K., *Wzorcowanie aparatury pomiarowej*. Nowe wydanie. Wydawnictwo Naukowe PWN, Warszawa 2012.
- Zięba A., *Analiza danych w naukach ścisłych i technice*. Wydawnictwo Naukowe PWN, Warszawa 2013.
- Volodarsky E.T., Koshevaya L.A., Warsza Z., *Niepewność jako miara poziomu zaufania do wyników niektórych procedur doświadczalnych*. „Pomiary Automatyka Kontrola”, Vol. 57, Nr 5, 2011, 483–486.
- Volodarsky E.T., Warsza Z.L., Koshevaya L.A., *Odporna ocena dokładności metod pomiarowych*. „Pomiary Automatyka Kontrola”, Vol. 58, Nr 4, 2012, 396–401.
- Volodarsky E.T., Warsza Z.L., *Zastosowanie statystyki odpornościowej na przykładzie badań międzylaboratoryjnych*. „Przegląd Elektrotechniczny”, R. 89, Nr 11, 2013, 260–267.
- Volodarsky E.T., Warsza Z.L., Koshevaya L.A., *System oceny i zapewnienia jakości badań biegłości laboratoriów przy akredytacji*. „Przemysł Chemiczny”, T. 93, Nr 8, 2014, 1252–1254, DOI: 10.12916/przemchem.2014.1252.
- Volodarsky E.T., Warsza Z.L., Koshevaya L.A., *System oceny statystycznej w badaniu biegłości laboratoriów badawczych*. „Pomiary Automatyka Kontrola”, R. 60, Nr 10, 2014, 816–821.
- Warsza Z.L., *Metody rozszerzenia analizy niepewności pomiarów*. Monografie • Studia • Rozprawy. Oficyna Wydawnicza PIAP, Warszawa 2016.
- Warsza Z.L., Volodarsky E.T., *Zastosowanie metod odpornościowych w analizie dokładności pomiarów międzylaboratoryjnych (1). Zasady statystyki odpornościowej, metoda Hubera czyli Algorytm-A*. „Pomiary Automatyka Robotyka”, R. 21, Nr 1, 2017 47–55, DOI: 10.14313/PAR_224/47.
- Zieliński R., *Tablice statystyczne*, PWN, Warszawa 1972.
- Volodarsky E., Warsza Z.L., Kosheva L., *Ocena precyzji procedury pomiarowej w badaniach międzylaboratoryjnych metodą odporną z wykorzystaniem „algorytmu S”*, „Przemysł Chemiczny”, T. 94, Nr 6, 2015, 1008–1011, DOI: 10.15199/62.2015.6.30.
- Volodarsky E.T., Warsza Z.L., *Ocena precyzji badań międzylaboratoryjnych metodą odporną „S-algorytm”*, „Przegląd Elektrotechniczny”, R. 91, Nr 10, 2015, 192–196.
- Volodarsky E., Warsza Z., Kosheva L., Idźkowski A., *Evaluation of the precision of interlaboratory measurements by robust Algorithm-S*. [w:] *Proceedings of Symposium AMSA'15 Applied Methods of Statistical Analysis*. Non-parametric Approach, Novosibirsk & Białokurika, 14–19 września 2015, NGTU, 113–123.
- Volodarsky E., Warsza Z., Kosheva L., Idźkowski A., *Robust Algorithm S to assess precision of interlaboratory measurements*. „Measurements Automation Monitoring”, Vol. 61, No. 4, 2015, 111–114.
- Volodarsky E., Warsza Z.L., Kosheva L., Idźkowski A., *Assessment of precision of the interlaboratory test data by using robust “Algorithm S”* [w:] R. Jabłoński T. Brezina (Editors) „Advanced Mechatronics Solutions” Vol. 393, *Advances in Intelligent Systems and Computing*. Springer 2016, 87–96, DOI: 10.1007/978-3-319-23923-1_13.
- Lemeshko B.Yu., Lemeshko S.B., Gorbunova A.A., *Application and power of criteria for testing the homogeneity of variances. Part I. Parametric criteria*. Measurement Techniques, Vol. 53, Iss. 3, 2010, 237–246, DOI: 10.1007/s11018-010-9489-7.
- Volodarsky E., Kosheva L., *Technicheskiye Aspekty Akredita-cii Ispytatelnykh Laboratorii*. Winnicki Narodowy Uniwersytet Techniczny Ukrainy, Winnica 2013 (w języku rosyjskim).

Application of Robust Methods in Evaluation the Accuracy of Interlaboratory Measurements

Part 2. Estimation of the Measurement Uncertainty by Robust Method Algorithm S

Abstract: This two-part paper discusses the use of robust statistics to assess the value and uncertainty of measurand obtained from a sample of experimental data when some of these data differ significantly from the others, i.e. are outliers. The statistical parameters of the measurement result are determined by robust methods from all data, but influence of outliers is treated differently. For small sample sizes results are more reliable than obtained by classical methods with exclusions of outliers. This is illustrated by examples from the interlaboratory key comparisons. Part 1 discusses the basic principles of the robust statistics and the iterative robust method given by Huber, which is called Algorithm A in ISO 5725-5. As illustration in the simulated numerical example, the uncertainty of some measurement method was estimated based on measurements of homogeneous object in several accredited laboratories. The mean uncertainty of this experiment is estimated by classic method for all data and with exclusion of outliers and by two robust methods: rescaled median deviation and by Algorithm A. The result of last method is the most reliable.

Keywords: outliers, uncertainty of measurements, standard deviation, median, robust mean value, interquartile mid-range

doc. dr inż. Zygmunt Lech Warsza

zlw1936@gmail.com

Ukończył Wydział Elektryczny Politechniki Warszawskiej 1959, doktorat 1967, docent od 1970. Praca: Instytut Elektrotechniki 1958–1963 i 1994–1995, Politechnika Warszawska 1960–70, Politechnika Świętokrzyska 1970–1978 (organizator i dziekan Wydziału Transportu w Radomiu), Organizator i kierownik: Ośrodka Aparatury Pomiarowej w Instytucie Meteorologii i Gospodarki Wodnej 1978–1982 oraz Zakładu Automatykacji i Pomiarów w Instytucie Chemii Przemysłowej 1983–1992. Doradca Ministra Edukacji Narodowej 1992–1995, Politechnika Radomska 1983–2002. Obecnie główny specjalista w Przemysłowym Instytucie Automatyki i Pomiarów PIAP. Autor ponad 250 publikacji, 6 monografii, kilkadziesiąt prac badawczych i konstrukcyjnych, 11 patentów oraz promotor 2 doktorów. Prezes Polskiego Towarzystwa Metrologicznego. Członek stowarzyszenia PolSPAR oraz Akademii Metrologii Ukrainy.



prof. dr nauk techn. Evgeniy T. Volodarsky

et-1@ukr.net

Praca: Narodowy Techniczny Uniwersytet Ukrainy – Politechnika Kijowska „KPI”, Katedra Automatykacji Badań Eksperymentalnych; Przewodniczący Podkomisji „Metrologia” w Państwowej Agencji Akredytacyjnej Ukrainy. Senior member of IEEE. Prezydent Ukraińskiej Akademii Metrologii. Zainteresowania naukowe: podstawy teoretyczne systemów pomiarowych do monitorowania i testowania. Autor kilku książek i ponad 300 publikacji.



