

PROCES WALIDACJI METODY POMIAROWEJ JAKO PRZYKŁAD ZASTOSOWANIA STATYSTYCZNEJ KONTROLI JAKOŚCI Z WYKORZYSTANIEM PAKIETU *STATISTICA*

Angelina Rajda

Katedra Statystyki, Uniwersytet Ekonomiczny w Katowicach

1 WPROWADZENIE

W dobie realizacji idei gospodarki opartej na normach ISO główną rolę przypisuje się kontroli jakości. Jakość powinna być kształtowana na wszystkich etapach tworzenia i funkcjonowania produktu czy usługi. Chcąc sprostać wymaganiom oraz standardom, należy inwestować przede wszystkim w jakość produktów oraz w kontrolę jakości, która jest przedmiotem zainteresowań nie tylko odbiorców, ale i producentów. W zakresie tej problematyki obserwuje się dynamiczny rozwój, ponieważ systematycznie zwiększają się wymagania w odniesieniu do rodzaju przeprowadzanych badań, stosowanych metod i wiarygodności wyników.

Zapewnienie jakości wyników uzyskanych różnymi metodami analizy wiąże się z ustaleniem odpowiedniej strategii postępowania. Procesem takim może być *walidacja*, ponieważ ma ona na celu nie tylko zapewnienie, iż niepewność wyniku jest możliwa do zaakceptowania przez odbiorcę, ale również daje możliwość oszacowania wpływu wszystkich czynników, zarówno instrumentalnego, ludzkiego, jak i środowiskowego, na niepewność pomiaru. Konieczność walidacji metod analitycznych jest również wymaganiem przepisów i dyrektyw obowiązujących w Unii Europejskiej. Implikacje wynikające z błędów analiz mogą mieć dużo większe konsekwencje, a co za tym idzie, dużo wyższe koszty niż samo powtarzanie analiz. Według J. Green [1] dokładne przeprowadzenie procesu walidacji metody może być trudne, jednakże konsekwencje nieprzeprowadzenia jej należą do straty czasu, pieniędzy i zasobów.

Praca przedstawia problematykę kontroli jakości w odniesieniu do procesu walidacji aparatury laboratoryjnej. W opracowaniu przedstawiono sposoby dotyczące zastosowania metod statystycznych w walidacji metod pomiarowych za pomocą pakietu analitycznego *STATISTICA*, jednego z najlepszych narzędzi wspomagania analizy danych. Wszelkie analizy i wykresy przygotowano przy zastosowaniu modułu *Statystyki przemysłowe*, w skład którego wchodzi m.in. *Analiza procesu* oraz *Standardowe karty kontrolne*. Podstawowe charakterystyki obliczono za pomocą modułu *Statystyki podstawowe i tabele*, natomiast w celu sprawdzenia rozkładu badanej zmiennej wykorzystano moduł *Rozkłady i symulacje*. Wykorzystano rozwiązania programu z obszaru prognozowania oraz sterowania i zarządzania jakością. Przedstawiono opis procesu pełnej walidacji, który obejmuje wszystkie etapy charakterystyki metody analitycznej. Przytoczono szereg definicji i określeń związanych z procesem walidacji pomiarowej oraz etapy postępowania podczas procesu walidowania. Badania obejmowały m.in.: wstępne przygotowanie danych, graficzną prezentację oraz ocenę stabilności w czasie. Zaprezentowano podstawowe karty kontrolne jako szczególne narzędzie, które odgrywa istotną rolę w procesie walidacji.

2 WALIDACJA

Jednym z elementów statystycznego sterowania jakością jest walidacja metod analitycznych stosowana w laboratoriach. Słowo *validus* (łac.) według interpretacji językoznawczej oznacza silny, mocny, zdrowy i sprawny. Walidacja

z psychologicznego punktu widzenia to proces ustalania stopnia odpowiedniości, trafności i celowości. Walidacja testu jest to nadanie cechy trafności, a w dalszej kolejności sprawdzenie słuszności tej hipotezy. Jest to proces pozwalający na określenie ważności i dokładności narzędzia pomiarowego.

Walidacja jest to potwierdzenie, przez zbadanie i dostarczenie obiektywnego dowodu, że zostały spełnione szczególne wymagania dotyczące określonego zamierzonego zastosowania [4]. Walidacja to stwierdzenie (...) jest więc swego rodzaju deklaracją ważności metody badawczej, zapewnieniem, że zostały spełnione wszelkie postawione przed przeprowadzeniem procesu wymagania, a klient otrzyma wynik wiarygodny i rzetelny [5].

Walidacja jest procesem, który ma na celu zapewnienie, że niepewność wyniku jest możliwa do zaakceptowania przez odbiorcę. Ponadto obejmuje oszacowanie wpływu różnych czynników, zarówno instrumentalnego, ludzkiego i środowiskowego na niepewność tego wyniku. Rezultatem jest wskazanie, że metoda badawcza jest odpowiednia do osiągnięcia założonego celu. Poprzez metodę badawczą w tym zakresie rozumie się szereg działań technicznych, które polegają na określeniu zgodnie z ustaloną procedurą jednej lub wielu właściwości lub możliwości danego wytworu, materiału, sprzętu. W laboratorium badawczym wszystkie metody nazywa się metodami analitycznymi. Metoda analityczna jest to sposób wykrywania, oznaczania składnika wraz z etapem jego pobierania i przygotowywania do analizy. W szczególnych przypadkach uwzględnia się również proces transportu próbek do laboratorium.

Walidacja szczególnie wskazana jest, gdy:

- opracowuje się nową metodę badawczą,
- wprowadza się zmiany w metodzie istniejącej,
- parametry metody zmieniają się w czasie,
- określoną metodę wykorzystuje się w innym laboratorium lub przez innych analityków, lub za pomocą innych urządzeń,
- opracowaną metodę wykorzystuje się poza przewidzianym dla niej zakresem.

2.1 Etapy walidacji metody

W procesie podejmowania badań prowadzących do potwierdzenia przydatności danej metody

analitycznej konieczne jest spełnienie określonych warunków.

W kroku pierwszym należy bardzo dokładnie scharakteryzować zadanie, które ma zostać rozwiązane. Zadanie to może zostać sformułowane przez klienta lub przez laboratorium w ramach konkretnej pracy badawczo-rozwojowej. W kolejnym kroku ustala się wymagania dotyczące parametrów, jakie powinno dostarczyć laboratorium w drodze końcowych wyników badań. Na tym etapie należy podjąć decyzje dotyczące wyboru metody już istniejącej lub opracowania nowej oraz ustalić parametry, jakie zostaną oszacowane w ramach walidacji metody analitycznej. Po wyznaczeniu odpowiednich dla metody analitycznej parametrów, w kroku trzecim należy porównać uzyskane wyniki z wymaganiami, jakie zostały postawione w pierwszym kroku procesu walidacyjnego. Jest to tak zwany etap oceny metody. Na tej podstawie podejmuje się decyzję o przydatności metody do rozwiązania specyficznego problemu, bądź o poszukiwaniu innej metody, którą dysponuje laboratorium badawcze. Ewentualnie należy podjąć decyzję o rezygnacji ze zlecenia.

Kończącą decyzję należy jednak podejmować na podstawie danych uwzględniających realizację metody w określonym laboratorium. Jeśli uzyskane wyniki są zadowalające i istnieje dobre rozwiązanie wyznaczonego zadania, to następuje formalne stwierdzenie o przydatności metody do rozwiązania problemu sformułowanego na początku procesu walidacyjnego.

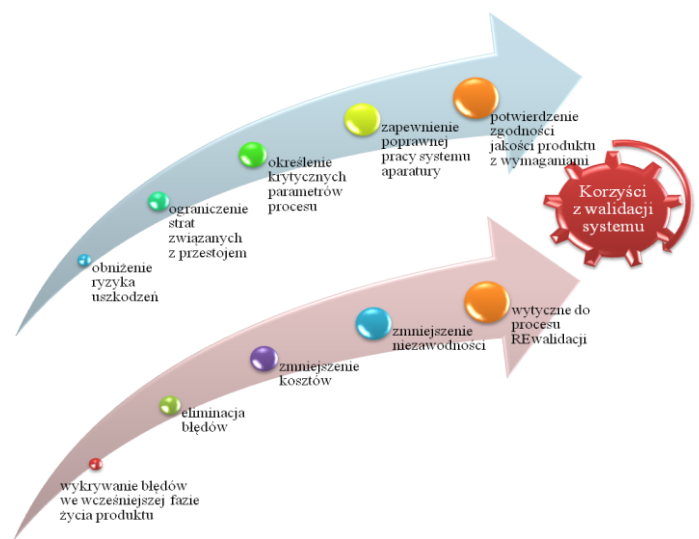
Ostatecznym wynikiem przebiegu walidacji powinien być dokument, który zawiera wszystkie konieczne informacje dotyczące metody pomiarowej. Raport ten powinien również zawierać dowody na odpowiednią jakość systemu pomiarowego. Jednym z elementów takiego protokołu jest statystyczne opracowanie wyników otrzymanych w trakcie prób, które potwierdzają, że ze statystycznego punktu widzenia metoda pomiarowa nadaje się do założonego zastosowania. Istnieje również możliwość złagodzenia wymagań głównie w sytuacji, kiedy warunki, w jakich przeprowadzono badania, są bardzo trudne. Ostatecznie jednak należy podjąć decyzję o akceptacji metody lub też zrezygnować z jej stosowania. Wielorakość metod, a także warunków, w jakich może przebiegać proces walidacji sprawia, że schemat postępowania w trakcie walidowania danego przyrządu lub metody może przebiegać indywidualnie

w zależności od potrzeb i możliwości konkretnego laboratorium. Ważnym czynnikiem określającym parametry, które należy zbadać w ramach walidacji, jest określenie, czy walidacja dotyczy będzie *nowej metody* czy też udoskonalenia lub poszerzenia metody już *istniejącej*. W terminologii używane jest również pojęcie *rewalidacji*, które oznacza, iż co pewien okres czasu, co najmniej raz w roku należy dokonać pomiaru parametrów, które podczas badania walidacyjnego obliczono i zawarto w raporcie walidacyjnym [6]. Proces rewalidacji prowadzony jest w celu sprawdzenia poprawności działania metody, pod warunkiem jednak, iż od momentu zwalidowania metody nie wprowadzono udoskonaleń, ani też nie zmieniły się wymagania, specyfikacje czy też normy dotyczące aparatury lub przedmiotu badań.

2.2 Korzyści ze stosowania procesu walidacji

Pozytywnie zakończony proces walidacji wymaga, oprócz raportu potwierdzającego zgodność wyników z wymaganiami czy normami, również kwalifikacji dla każdego ważnego elementu procesu. Wraz z rozpoczęciem procesu walidacji należy potwierdzić wszystkie inne wymagania dotyczące np. pomieszczeń (laboratorium), urządzeń, instalacji, materiałów czy etapów wytwarzania. Z punktu widzenia ekonomiki pracy proces walidacji jest nie tylko ważnym postępowaniem na drodze do osiągnięcia odpowiednich wymagań, ale jest również pewnego rodzaju usystematyzowaniem i uporządkowaniem elementów pracy, zarówno dotyczących bezpieczeństwa pracy, jak i jakości. Przeprowadzenie procesu walidacji aparatury czy metody badawczej jest bardzo korzystne z wielu powodów. Na rys. 1 przedstawiono korzyści, zarówno ekonomiczne, jak i związane z kwestią bhp, które dotyczą wielu obszarów, lecz głównie procesu produkcji. Problematyka walidacyjna wiąże się nie tylko z zaprezentowanym w pracy przykładem aparatury pomiarowo-badawczej, dotyczy ona również dużo szerszego zakresu. Wśród typowych obszarów wyróżnić można procesy analizy chemicznej przy produkcji form leków, substancji aktywnych, metod czyszczenia. Ciekawym i wartym przytoczenia przykładem walidacji jest kontrola walidacyjna materiałów, odczynników, środków i metod do ujawniania linii papilarnych, ponieważ zanim one zostaną wprowadzone do użytku, muszą zostać poddane

walidacji zakończonej raportem i opinią o możliwości ich stosowania w praktyce.



Rys. 1. Korzyści wynikające z przeprowadzania procesu walidacji.

Ponadto sam proces walidacji prowadzony w laboratorium dostarcza szeregu rozwiązań przydatnych w organizacji. Z jednej strony to laboratorium podczas badań określa czynniki mające wpływ na niepewność wyniku końcowego, a z drugiej może wybrać metodę adekwatną do napotkanego problemu oraz zaproponować udoskonalenie jej lub zoptymalizowanie. W razie otrzymanych pytań ze strony organizacji, dla której prowadzi się proces, laboratorium z racji znajomości wartości cech może zaoferować metodę badawczą.

3 REALIZACJA I WYNIKI BADAŃ

Badania przeprowadzono w typowych warunkach pracy zakładu. Miejscem prowadzonych analiz było laboratorium badawcze jednej z tysiąckich firm. Walidacji poddano urządzenie do pomiaru grubości. Badania oparto o materiał wzorujący według specyfikacji.

3.1 Zdolność pomiarowa laboratorium

Skuteczność metod statystycznego sterowania procesami produkcji oraz wiarygodność wyników zaprojektowanych i przeprowadzonych eksperymentów zależy w znacznym stopniu od rzetelności danych liczbowych. Dane te są

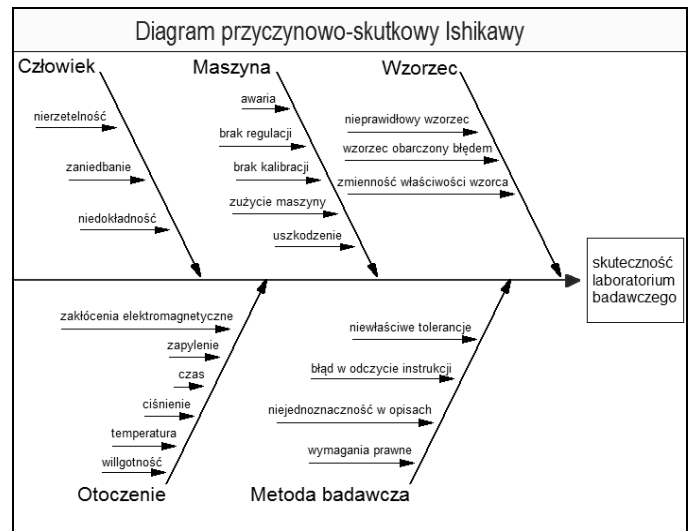
wynikami badań i pomiarów wykonanych bezpośrednio w toku produkcji lub poza jej procesem w różnego rodzaju laboratoriach badających zgodność wyrobów z wymaganiami odpowiednich specyfikacji technicznych.

W głównej mierze wiarygodność wyników zależy od możliwości technicznych laboratorium oraz od tego, czy badania wykonano w warunkach spójności pomiarowej. Nowoczesne firmy, dbające o rzetelność wyników prowadzonych badań, korzystają z laboratoriów badawczo-pomiarowych.

Urządzenia pomiarowe i służące do monitorowania powinny być stosowane i nadzorowane w sposób zapewniający, że zdolność pomiarowa jest zgodna z wymaganiami dotyczącymi pomiarów [2]. Zdolność pomiarowa zależy od wielu czynników, które ulegają losowym zmianom, co powoduje również losowe zmiany zdolności pomiarowej. Za pomocą programu *STATISTICA* przygotowano diagram Ishikawy przedstawiający czynniki, które mają wpływ na zdolność pomiarową laboratorium. Diagram przyczynowo-skutkowy opisuje relacje pomiędzy przyczynami a efektami; został zaproponowany przez profesora Uniwersytetu w Tokio: Kaoru Ishikawę w 1947 roku. W. E. Deming użył diagramu do zagadnień poprawy jakości procesów. Analiza diagramu pozwala określić możliwości wystąpienia zakłóceń. Na rys. 2 przedstawiono przyczyny [3] mające wpływ na skuteczność pomiarów w laboratorium pomiarowym. Głównymi przyczynami zmienności są:

- człowiek (umiejętności, kwalifikacje) – zmienność pomiarów może wynikać z popełnionych błędów, nierzetelności, niedokładności lub zaniedbania laboranta,
- maszyna (aparatura) - uszkodzenie lub awaria mogą powodować błędne pomiary,
- metoda - metody kalibracji muszą być jednoznaczne w opisie, a instrukcje poprawnie i precyzyjnie opisane. Problemem może okazać się również nieprawidłowo określona tolerancja w metodzie,
- materiał (wzorzec) - użycie wzorców niezgodnie ze specyfikacją lub też użycie nieodpowiedniego wzorca,
- środowisko (otoczenie) - zmienność warunków atmosferycznych, takich jak temperatura, wilgotność, ciśnienie czy zapylenie w niektórych przypadkach może mieć duży wpływ na pomiary. W konkretnych sytuacjach ważny

jest również poziom zakłóceń elektromagnetycznych.



Rys. 2. Diagram przyczynowo skutkowy.

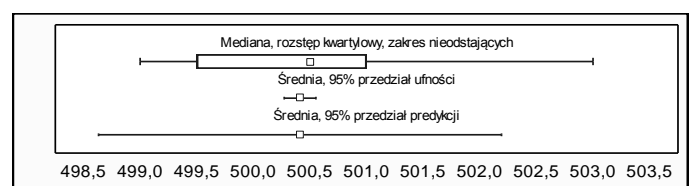
3.2 Analiza procesu walidacyjnego

W pierwszym etapie badań wyznaczono podstawowe statystyki opisowe oraz zweryfikowano hipotezę odnośnie występowania wartości odstających. Wobec 160 obserwacji zastosowano oczyszczanie danych metodą *zmień odstające na wartość średnią* dla wartości odstających wykrytych za pomocą *testu Percentyl* dwustronny.

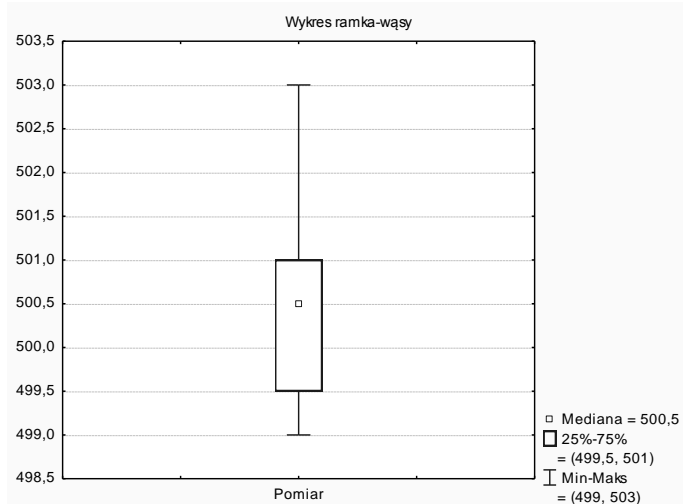
Tabela 1. Podstawowe statystyki opisowe.

Statystyki opisowe	
Zmienna	Pomiar
N ważnych	160
Średnia	500,4121
Minimum	499,0000
Maksimum	503,0000
Odchylenie standardowe	0,898174

Po zastosowaniu oczyszczenia 95% przedział ufności dla średniej z uzyskanych pomiarów wyznaczono na podstawie wartości średniej i odchylenia standardowego. Można zatem wnioskować, że zbiór danych jest spójny.



Rys. 3. Wykres ramka-wąsy z odpowiednią miarą zmienności.



Rys. 4. Wykres ramka-wąsy z przedziałem kwantylowym.

W dalszej kolejności przeprowadzono analizę struktury. Współczynnik zmienności wynosi 0,18%, co oznacza, że w zbiorze danych występuje mała zmienność wyników, ponadto kryterium akceptacji zostało spełnione - nie przekracza 3%. Wartością najczęściej występującą jest 500, jest to również wartość wzorca, jaki został poddany ocenie. Współczynnik skośności informuje o prawostronnej asymetrii rozkładu, nie jest to jednak silna asymetria. Kierunek skośności rozkładu potwierdza także spełnienie warunku: mediana jest większa od dominanta. Kurtoza jest ujemna i wynosi w przybliżeniu -0,08, co oznacza, iż rozkład badanej cechy jest bardziej spłaszczony niż rozkład normalny. Niska wartość bezwzględna kurtozy informuje o tym, że obserwacje w małym stopniu koncentrują się wokół średniej.

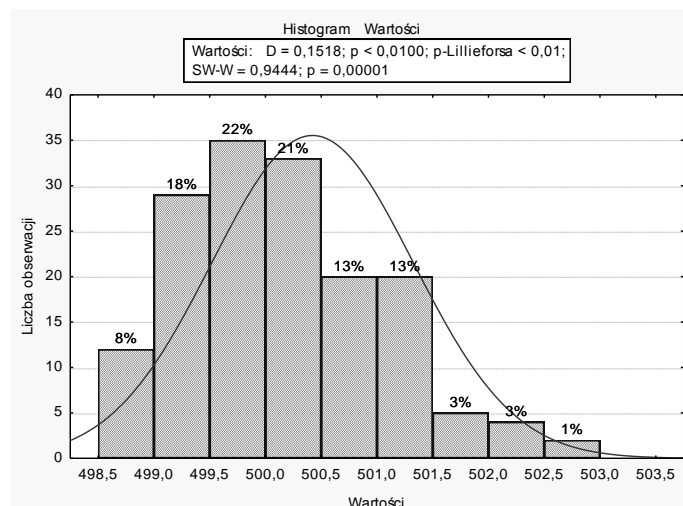
Tabela 2. Pozostałe statystyki opisowe.

Statystyki opisowe	
Zmienna	Pomiar
Mediana	500,5
Moda	500
Liczność mody	35
Rozstęp	4,0000
Współczynnik zmienności	0,179487
Skośność	0,550943
Błąd standardowy skośności	0,191866
Kurtoza	-0,079777

W przedziale 25%-75% zakresu zmienności znajdują się mediana, dominanta, a także wartość średnia (rys. 4). Dla porównania utworzono również wykres (rys. 3), na którym nieco inaczej zobrazowano zmienność badanej charakterystyki.

3.3 Analiza normalności

W kolejnym etapie utworzono histogram, który jest graficzną prezentacją rozkładu badanej charakterystyki. Pozwala on na wizualną ocenę zgodności tego rozkładu z rozkładem normalnym. Ponadto na jego podstawie można dokonać oceny poziomu przeciętnego oraz rozrzutu obserwowanej zmiennej diagnostycznej. Jego zastosowanie w statystyce jest bardzo szerokie, wspomaga również zrozumienie badanego procesu. Histogram zaprezentowany na rys. 5 przedstawia wyniki pomiaru grubości badanej płytki wzorcowej w procesie walidacji grubościomierza. Na wykresie przedstawiono również krzywą normalną oraz procentowy udział poszczególnych pomiarów w zbiorze danych.



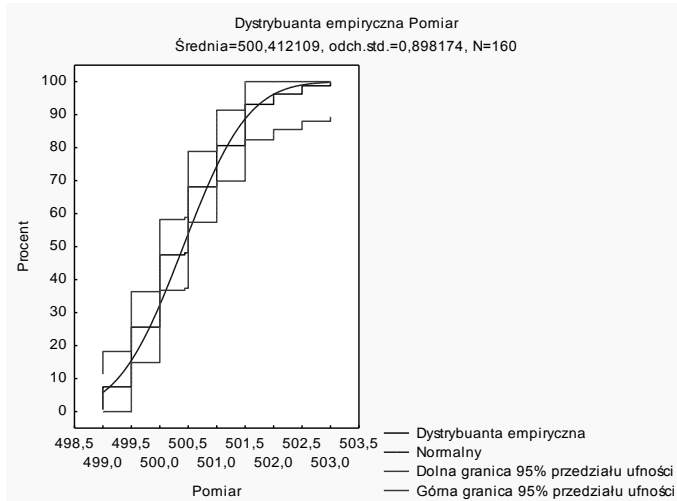
Rys. 5. Histogram.

W tabeli 3 przedstawiono wyniki obliczeń dotyczących normalności badanego rozkładu. Ze względu na otrzymaną p -wartość należy, przy poziomie istotności $\alpha = 0,05$, odrzucić hipotezę H_0 o zgodności danych z rozkładem normalnym.

Tabela 3. Wyniki testowania normalności.

Zmienna	Pomiar
N	160
Maks D	0,151643
K-S p	$p < 0,01$
Lillief. p	$P < 0,01$
W	0,930572
p	0,000001

Na rys. 6 przedstawiono dystrybuantę empiryczną oraz dystrybuantę teoretyczną.



Rys. 6. Dystrybuanta empiryczna.

3.4 Porównanie średniej z wartością referencyjną

Na podstawie danych *Pomiar* dokonano porównania średniej zebranych pomiarów z wartością wzorca w celu weryfikacji dokładności metody pomiarowej. Ze względu na dużą liczebność próby oraz niewielką asymetrię rozkładu można zastosować test t-Studenta. W przypadku, kiedy wielkość jest sumą lub średnią wielu losowych czynników, to niezależnie od rozkładu każdego z tych czynników jej rozkład będzie zbliżony do normalnego [7].

95% przedział ufności dla nieznannej wartości μ , który wyznaczony został według poniższego wzoru. Otrzymana p -wartość informuje, że hipotezę H_0 o równości średniej w grupie z wartością wzorca należy odrzucić na korzyść hipotezy alternatywnej. Zatem wartości uzyskiwane przez rozważany system pomiarowy są w rzeczywistości obciążone stałym systematycznym błędem.

$$\bar{x} - \frac{s}{\sqrt{n}} t_{(0,025,n-1)} < \mu < \bar{x} + \frac{s}{\sqrt{n}} t_{(0,025,n-1)}$$

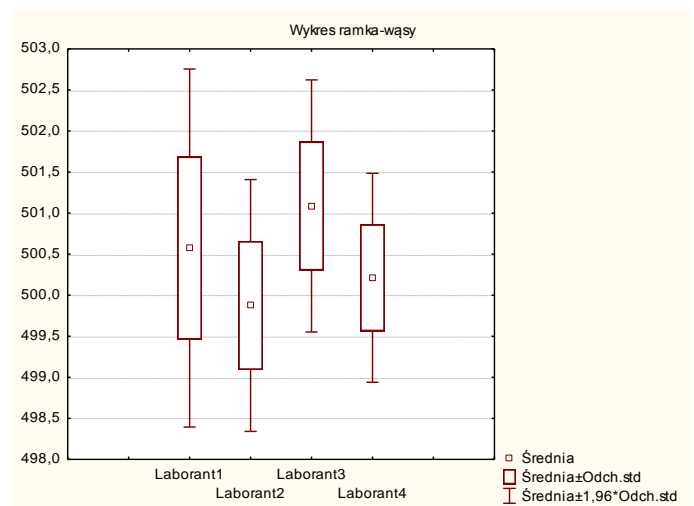
W związku z tym należy dokonać odpowiedniej korekcji danych oraz zaproponować czynność kalibracji urządzenia, ponieważ system systematycznie zawyża pomiary o 0,4121.

Po dokonaniu korekty badań i przeprowadzeniu powtórnej analizy wartość p wynosi 0,99, co oznacza brak podstaw do odrzucenia hipotezy H_0 . Wyznaczony przedział ufności od 499,8598 do 500,1402 z prawdopodobieństwem 0,95 obejmuje nieznaną wartość μ .

3.5 Powtarzalność i niepewność metody pomiarowej

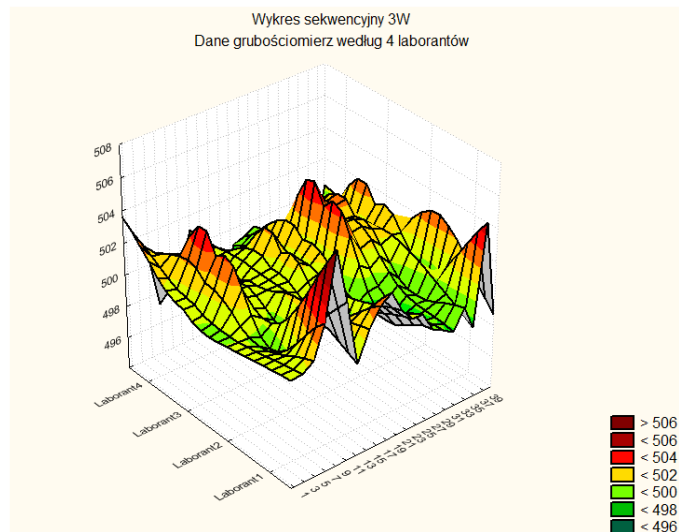
Celem badania powtarzalności i odtwarzalności w obrębie laboratorium badawczego jest określenie stopnia, w jakim poszczególne czynniki wpływają na analizowaną metodę pomiarową. Współczynnik odtwarzalności międzylaboratoryjnej oblicza się, kiedy uzyskane wyniki pochodzą z różnych laboratoriów. Ponieważ pomiary płytki wzorcującej zostały zgromadzone w ramach jednego laboratorium, cząstkowy wpływ na niepewność został podany w formie odchylenia standardowego s . Zgromadzone wyniki pomiarów odchylają się przeciętnie od wartości średniej o 0,898174.

Analiza wariancji pomiarów zebranych przez czterech niezależnych laborantów, oznaczonych odpowiednio: Laborant1, 2, 3, 4, została zaprezentowana na rys. 7. Każdy laborant zebrał serię 40 pomiarów.

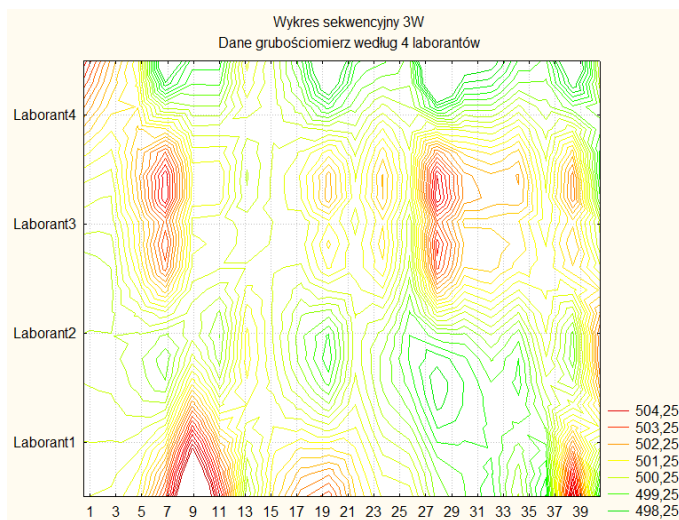
Rys. 7. Wykres ramka-wąsy dla zmiennej *Laborant*.

Obliczono charakterystyki dla uzyskanych pomiarów pogrupowanych według zmiennej *Laborant*. Pomiary zebrane przez Laboranta4 obciążone są największym błędem standardowym, natomiast wyniki uzyskane przez Laboranta3 oraz Laboranta2 charakteryzują się porównywalnie małym błędem standardowym. Najlepsze dopasowanie średniej wartości z pomiarów do wartości wzorca otrzymuje Laborant2. W celu zilustrowania zagadnienia dotyczącego obciążenia poszczególnych pomiarów wewnątrz grup przedstawiono dwa sekwencyjne wykresy trójwymiarowe, na których kolejno przedstawiono: wykres powierzchniowy i warstwiczny. Na

wykresach obserwuje się, że wyniki uzyskane przez Laboranta2 odznaczają się najmniejszym zróżnicowaniem w porównaniu z wynikami pozostałych laborantów.



Rys. 8. Wykres powierzchniowy dla pomiarów względem zmiennej Pomiar.

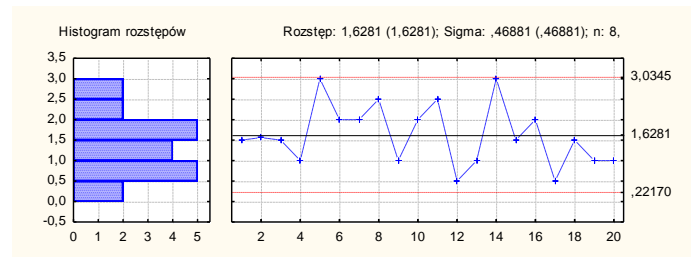


Rys. 9. Wykres warstwiczny dla pomiarów względem zmiennej Pomiar.

3.6 Monitorowanie miarodajności wyników za pomocą kart kontrolnych

Karty kontrolne służą do badania stabilności procesów produkcyjnych, ale również mogą być wykorzystywane w badaniach stabilności procesów pomiarowych. Są one prostymi i wydajnymi instrumentami, umożliwiającymi prowadzenie kontroli statystycznej. Wynik każdego procesu, który poddany zostanie kontroli statystycznej, może być przewidywalny. Z punktu widzenia laboratorium najbardziej przydatnymi

kartami są: karta pojedynczych obserwacji i ruchomego rozstępu. Na rys. 10 zaprezentowano kartę R.



Rys. 10. Karta kontrolna R.

Tor karty kontrolnej R nie wskazuje na rozregulowanie procesu, ponadto nie zaobserwowano przekroczenia GLK oraz DLK, co wskazuje na umiarkowane zróżnicowanie wartości obserwowanej cechy.

3.7 Ocena procesu walidacji

Przeprowadzając proces walidacji metody pomiarowej, sformułowano następujący cel:

Wykazać, na podstawie badań i poprzez osiągnięcie obiektywnych potwierdzeń, że zwalidowana metoda analityczna nadaje się do zastosowania.

W związku z tym w pierwszej fazie badań przeprowadzono analizę normalności rozkładu badanej zmiennej. Ponieważ do weryfikacji hipotez statystycznych przyjmuje się dane oczyszczone z wartości odstających, sprawdzono zbiór danych za pomocą *testu percentyl na wartości odstające* i zaobserwowano jedną taką wartość odstającą, którą zamieniono. W dalszej części procesu walidacji zbadano i wyznaczono lub oszacowano takie parametry jak: dokładność metody, jej poprawność i precyzję, parametr obciążenia laboratoryjnego oraz obciążenie wyników poszczególnych laborantów. Przeprowadzono wnikliwą analizę zdolności laboratorium badawczego. Określono niepewności pomiarowe. Za kryterium weryfikacji ocen statystycznych przyjmowano poziom ufności 0,95.

Na podstawie *raportu z walidacji* należy stwierdzić przydatność metody do badania grubości produkowanych folii. Badania dowiodły, iż system pomiarowy systematycznie zawyża pomiary o 0,4121, dlatego jako zalecenie należy zaproponować czynność kalibracji urządzenia.

Aby ostatecznie stwierdzić, czy system pomiarowy daje zbliżone wyniki z wartością

wzorca (CRM), należy dodatkowo określić, czy spełniona jest nierówność,

$$\Delta_m \leq U_\Delta$$

przy zastosowaniu poniższych wzorów, gdzie u jest połączeniem niepewności średniej z wyników i niepewności pomiarowej wartości certyfikowanej.

$$\Delta_m = |\bar{x} - c_{CRM}|$$

$$U_\Delta = 2 \cdot u_\Delta$$

$$u_\Delta = \sqrt{s^2 + u_{CRM}^2}$$

Po wykonaniu odpowiednich obliczeń stwierdza się, że nierówność zachodzi, a więc można wnioskować, że metoda jest poprawna.

4 PODSUMOWANIE

W pracy podjęto zagadnienia dotyczące procesu walidacji aparatury pomiarowej jako przykładu zastosowania metod statystycznej kontroli jakości. Zastosowano je, ponieważ mogą stanowić fundament funkcjonowania systemu zapewnienia jakości w firmie oraz mogą pomóc w zrozumieniu zmienności, jaka występuje na każdym etapie całego cyklu życia produktu. Za pomocą tych metod mierzono, opisywano oraz analizowano zmienność procesu. Ma to służyć zrozumieniu charakteru, zakresu i przyczyn zmienności, także rozwiązywaniu problemów oraz poprawieniu skuteczności i efektywności produkcji. Ułatwiają one również lepsze wykorzystanie dostępnych danych do podejmowania decyzji. W opracowaniu przedstawiono najważniejsze zastosowania statystycznej kontroli jakości. Scharakteryzowano klasyczne rozwiązania z zakresu sterowania jakością w toku produkcji oraz plany odbiorcze.

W trakcie przeprowadzania badań jakości towarów czy usług istnieje możliwość popełnienia błędów w czasie wykonywania pomiarów. Błędy te mają zawsze negatywny wpływ na wyniki przeprowadzanych analiz. Mogą zawyżać lub zaniżać statystyki, lecz mogą również informować o pozornej stabilności produkcji. Aspekt ten został omówiony w niniejszej pracy z uwzględnieniem czynników mających na nie wpływ oraz źródeł ich pochodzenia na przykładzie laboratorium badawczo-pomiarowego.

Główne zagadnienie pracy oraz prowadzone badania dotyczyły procesu walidacji, który polegał na ocenie przydatności aparatury laboratoryjnej do jej zastosowania. Jako jeden z elementów statystycznego sterowania jakością, dla procesu walidacji metod analitycznych określono statystyki dotyczące dokładności narzędzia pomiarowego do badania grubości. Prace badawcze poprzedziła wstępna analiza określenia specyfikacji, ponieważ nie każda z charakterystyk może zostać zastosowana. Badania przeprowadzono na podstawie porównania wartości wyznaczonych parametrów charakteryzujących dokładność metody z wartością wymaganą w certyfikacie dotyczącym badanego przyrządu.

W końcowej części pracy umieszczono raport walidacyjny, który zawiera omówione i wyszczególnione statystyki charakteryzujące przebieg procesu walidacji. Badania w szczególności dotyczyły wyznaczenia odpowiednich charakterystyk dla procesu walidacji. Obok podstawowych parametrów statystycznych, takich jak: miary pozycyjne, zróżnicowania czy zmienności, badaniu poddana została również niepewność pomiarowa przyrządu. Oceniono odchylenie standardowe, błąd standardowy średniej, skośność, kurtozę rozkładu badanej zmiennej, a także przeprowadzono analizę korelacji między zmiennymi. W przypadku tej metody analitycznej, jak wskazuje literatura naukowa i analizy poddanych uprzednio prób walidacji w laboratorium pomiarowym, wykonanie pełnego programu i wyznaczenie wszystkich charakterystyk nie było konieczne. Proces walidacji ograniczono do pozycji zamieszczonych w raporcie walidacyjnym. W protokole stwierdzono przydatność metody pomiarowej do jej zastosowania. Pomimo, iż pomiary obciążone są systematycznym zawyżaniem, które można łatwo wyeliminować odpowiednią kalibracją przyrządu, nie stwierdzono niezgodności. Badana metoda okazała się poprawna, gdyż obserwacje koncentrują się wokół wartości certyfikowanej, oraz precyzyjna, ponieważ kolejne wyniki pomiarów wzorca są zbliżone do siebie. Wobec czego walidowaną metodę uznano za skuteczną.

Problem walidacji przyrządów jest coraz częściej postrzegany przez firmy, które wytwarzają produkty, ponieważ jakość procesów związanych z uzyskiwaniem wyników badań powinna być wysoka. Według normy EN-PN ISO 15189 aparatura pomiarowa i stosowane w niej metody badawcze oraz urządzenia

wspomagające również powinny podlegać procesowi walidacji. Należy monitorować realne wartości badane, ponieważ nie istnieją pomiary bezbłędne i absolutnie dokładne. Każdy wynik pomiaru obarczony jest błędem, którego wielkość zależy od wielu czynników. W literaturze podaje się, że jakości się nie wytwarza, lecz kontroluje, co jest istotą statystycznej kontroli jakości. Ponieważ nie ma systemów niezawodnych, proponowany proces walidacji metod laboratoryjnych powinien być stosowany w każdej firmie. Ocena dokładności aparatury pomiarowej może nieść ważne informacje o źródłach błędów, niezetelności laborantów czy nawet o problemach związanych z funkcjonującym systemem.

BIBLIOGRAFIA

- 1) Aczel A. D.: Statystyka w zarządzaniu. PWN, Warszawa, 2007.
- 2) CITAC/Eurachem Guide: Guide To Quality In Analytical Chemistry: An aid to Accreditation, 2002.
- 3) Główny Urząd Miar: Wyrażanie niepewności pomiaru, Przewodnik, 1999.
- 4) Greber T.: Statystyczne sterowanie procesami, StatSoft, 2000.
- 5) Green J. M.: A practical guide to analytical method validation, 1996, 305.
- 6) Kończak G.: Wykorzystanie kart kontrolnych w sterowaniu jakością w toku produkcji. Wydawnictwo Akademii Ekonomicznej im. Karola Adamieckiego w Katowicach, 2000.
- 7) Koronacki J., Thompson J. R., Nieckuła J.: Techniki zarządzania jakością od Shewarta do metody „Six Sigma”, Akademicka Oficyna Wydawnicza Exit, Warszawa, 2005.
- 8) Krzyśko K., Pajzderski P.: Walidacja metod badawczych, Wydawnictwo Pollab, Zakopane, 2001.
- 9) Norma ISO 8402: 1994.
- 10) Norma ISO 9001: 2000, Systemy zarządzania jakością - wymagania, PKN, Warszawa, 2001.
- 11) Norma PN-EN ISO 17025:2001, Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących.
- 12) PROLAB: Walidacja metod pomiarowych i badawczych, 2001, wydanie: styczeń
- 13) Tabisz R.: Zapewnienie wiarygodności analizowanych danych – zasady MSA, StatSoft, Warszawa 2004.
- 14) Wawrzynek J.: Metody opisu i wnioskowania statystycznego. Wrocław: Wydawnictwo Akademii Ekonomicznej im. Oskara Langego we Wrocławiu, 2007.
- 15) Żuchowski J., Łągowski E.: Narzędzia i metody doskonalenia jakości. Politechnika Radomska, Radom, 2004.