



PRZYKŁAD AUTOMATYZACJI STATYSTYCZNEJ OBRÓBKI WYNIKÓW

Grzegorz Migut, StatSoft Polska Sp. z o.o.

Teresa Topolnicka, Instytut Chemicznej Przeróbki Węgla

Wstęp

Zasady przeprowadzania eksperymentów zmierzających do liczbowego szacowania precyzji metody pomiarowej oraz metody statystycznej oceny uzyskanych wyników zostały opisane w postaci normy PN-ISO 5752. W normie tej podano szczegółowy i praktyczny opis podstawowej metody przeznaczonej do rutynowego stosowania oraz wskazówki dla wszystkich osób zaangażowanych w planowanie, wykonywanie lub analizowanie wyników badań, prowadzonych w celu oszacowania precyzji.

Dzięki standaryzacji procesu gromadzenia i oceny wyników pojawiła się możliwość automatyzacji statystycznej obróbki wyników eksperymentów za pomocą specjalnie przygotowanych raportów, odzwierciedlających zalecenia zawarte w normie. Automatyczne raportowanie powala na uniknięcie błędów możliwych do popełnienia podczas statystycznej obróbki danych wykonywanej „ręcznie”, a także na znaczne skrócenie czasu potrzebnego na przygotowanie kompletnego raportu.

Ogólne założenia systemu

W celu usprawnienia oraz automatyzacji prac związanych z tworzeniem raportów końcowych dla organizatorów badań międzylaboratoryjnych StatSoft stworzył specjalny system wykonujący wymagane obliczenia statystyczne, przeprowadzający dyskusję uzyskanych wyników oraz tworzący raport zawierający wszystkie uzyskane wyniki w wymaganym przez użytkownika formacie.

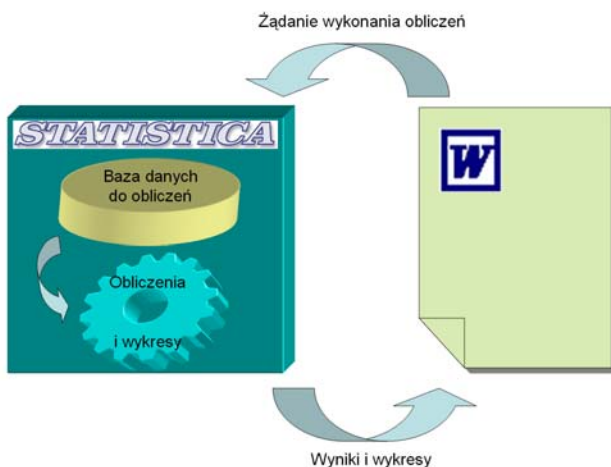
Podczas projektowania systemu do automatycznego opracowania wyników wspólnego eksperymentu międzylaboratoryjnego przyjęto następujące założenia:

- ◆ System powinien umożliwiać automatyczne wykonanie kompletu wymaganych obliczeń statystycznych dla wskazanej edycji badań, bądź jednostki badawczej.
- ◆ Wykonane obliczenia muszą być zgodne z normą PN-ISO 5725-2:2002.
- ◆ System powinien być prosty w obsłudze.



◆ Efektem działania systemu powinien być raport w powszechnie przyjętej formie.

By spełnić powyższe założenia, opracowany został system oparty na programie *STATISTICA*, w którym wykonywana jest większość analiz statystycznych oraz tworzone są wszystkie wykresy. Dzięki zastosowaniu programu *STATISTICA* jako motora analitycznego zapewniona została wysoka jakość analiz statystycznych. Po wykonaniu obliczeń wszystkie wyniki przesyłane są następnie do raportu – jako format raportu przyjęto dokument programu MS Word. Ideowy schemat systemu przedstawia poniższy rysunek:



Rys. 1. Ideowy schemat systemu.

W programie MS Word zdefiniowano szablon raportu z obliczeń oraz procedury, jakie powinien wykonać program *STATISTICA*. Po uruchomieniu raportu szablon raportu łączy się z programem *STATISTICA*, otwierając zapisany w nim zbiór danych do obliczeń, a następnie uruchamia proces analizy. Wyniki analiz przeprowadzonych w *STATISTICA* są następnie przesyłane z powrotem do szablonu raportu, gdzie są one umieszczane i odpowiednio formatowane.

System ma kilka głównych zadań:

- ◆ Gromadzenie i przechowywanie danych w odpowiedniej formie.
- ◆ Tworzenie raportu podsumowującego edycję badań.
- ◆ Tworzenie raportu podsumowującego wyniki danego laboratorium w oparciu o dane z kilku edycji.

Gromadzenie i przechowywanie danych

Wszystkie dane dotyczące jednego programu badań międzylaboratoryjnych przechowywane są w jednym arkuszu programu *STATISTICA*. Na poniższym rysunku widać strukturę przykładowego arkusza danych:

	1	2	3	4	5	6
	Edycja	Nazwa Laboratorium	Kod Laboratorium	Próbka	Nazwa Parametru	Wartość Parametru
1	III/2006	Ocena niejednorodności	0	Węgiel kamienny	Popiół, [%]	8.050
2	III/2006	Ocena niejednorodności	0	Węgiel kamienny	Popiół, [%]	8.010
3	III/2006	Ocena niejednorodności	0	Węgiel kamienny	Popiół, [%]	8.160
4	III/2006	Ocena niejednorodności	0	Węgiel kamienny	Popiół, [%]	8.070
5	III/2006	Ocena niejednorodności	0	Węgiel kamienny	Popiół, [%]	8.150
6	III/2006	Ocena niejednorodności	0	Węgiel kamienny	Popiół, [%]	8.060
7	III/2006	Ocena niejednorodności	0	Węgiel kamienny	Popiół, [%]	8.110
8	III/2006	Ocena niejednorodności	0	Węgiel kamienny	Popiół, [%]	8.060
9	III/2006	Ocena niejednorodności	0	Węgiel kamienny	Popiół, [%]	8.080
10	III/2006	Ocena niejednorodności	0	Węgiel kamienny	Popiół, [%]	8.170
11	III/2006	Ocena niejednorodności	0	Węgiel kamienny	Popiół, [%]	8.050
12	III/2006	Ocena niejednorodności	0	Węgiel kamienny	Popiół, [%]	8.150
13	III/2006	Ocena niejednorodności	0	Węgiel kamienny	Popiół, [%]	8.040
14	III/2006	Ocena niejednorodności	0	Węgiel kamienny	Popiół, [%]	8.110
15	III/2006	Ocena niejednorodności	0	Węgiel kamienny	Popiół, [%]	8.000
16	III/2006	Ocena niejednorodności	0	Węgiel kamienny	Popiół, [%]	8.000
17	III/2006	Laboratorium 1	1	Węgiel kamienny	Wilgoć, [%]	2.47
18	III/2006	Laboratorium 1	1	Węgiel kamienny	Wilgoć, [%]	2.46
19	III/2006	Laboratorium 1	1	Węgiel kamienny	Wilgoć, [%]	2.45
20	III/2006	Laboratorium 1	1	Węgiel kamienny	Popiół, [%]	8.12
21	III/2006	Laboratorium 1	1	Węgiel kamienny	Popiół, [%]	8.12
22	III/2006	Laboratorium 1	1	Węgiel kamienny	Popiół, [%]	8.12
23	III/2006	Laboratorium 1	1	Węgiel kamienny	Siarka, [%]	0.929
24	III/2006	Laboratorium 1	1	Węgiel kamienny	Siarka, [%]	0.93
25	III/2006	Laboratorium 1	1	Węgiel kamienny	Siarka, [%]	0.927
26	III/2006	Laboratorium 1	1	Węgiel kamienny	Ciepło spalania, [J/g]	32055
27	III/2006	Laboratorium 1	1	Węgiel kamienny	Ciepło spalania, [J/g]	32081.4
28	III/2006	Laboratorium 1	1	Węgiel kamienny	Ciepło spalania, [J/g]	32106.1
29	III/2006	Laboratorium 2	2	Węgiel kamienny	Wilgoć, [%]	2.24
30	III/2006	Laboratorium 2	2	Węgiel kamienny	Wilgoć, [%]	2.19
31	III/2006	Laboratorium 2	2	Węgiel kamienny	Wilgoć, [%]	2.27
32	III/2006	Laboratorium 2	2	Węgiel kamienny	Popiół, [%]	7.91
33	III/2006	Laboratorium 2	2	Węgiel kamienny	Popiół, [%]	7.87
34	III/2006	Laboratorium 2	2	Węgiel kamienny	Popiół, [%]	7.87
35	III/2006	Laboratorium 2	2	Węgiel kamienny	Siarka, [%]	0.979
36	III/2006	Laboratorium 2	2	Węgiel kamienny	Siarka, [%]	0.98
37	III/2006	Laboratorium 2	2	Węgiel kamienny	Siarka, [%]	0.985
38	III/2006	Laboratorium 2	2	Węgiel kamienny	Ciepło spalania, [J/g]	31969
39	III/2006	Laboratorium 2	2	Węgiel kamienny	Ciepło spalania, [J/g]	31985
40	III/2006	Laboratorium 2	2	Węgiel kamienny	Ciepło spalania, [J/g]	31960
41	III/2006	Lab 3	3	Węgiel kamienny	Wilgoć, [%]	2.11

Rys. 2. Struktura przykładowego arkusza danych.

W arkuszu znajduje się 6 kolumn (zmiennych), z których kolumna 6 (*Wartość Parametru*) zawiera dane liczbowe otrzymane z pomiarów przeprowadzonych przez uczestników edycji, natomiast pozostałe zmienne są zmiennymi grupującymi, tzn. identyfikują dany pomiar:

Edycja – zmienna zawierająca kod edycji badań międzylaboratoryjnych, np. IV/2006.

Nazwa Laboratorium – zmienna zawiera nazwy laboratoriów uczestniczących w badaniach.

Kod Laboratorium – jest to kod danego laboratorium, według którego jest ono identyfikowane w raporcie końcowym.

Próbka – zmienna zawierająca nazwę próbki, do której odnoszą się pomiary.

Nazwa Parametru – nazwa mierzonego parametru dla danej próbki.

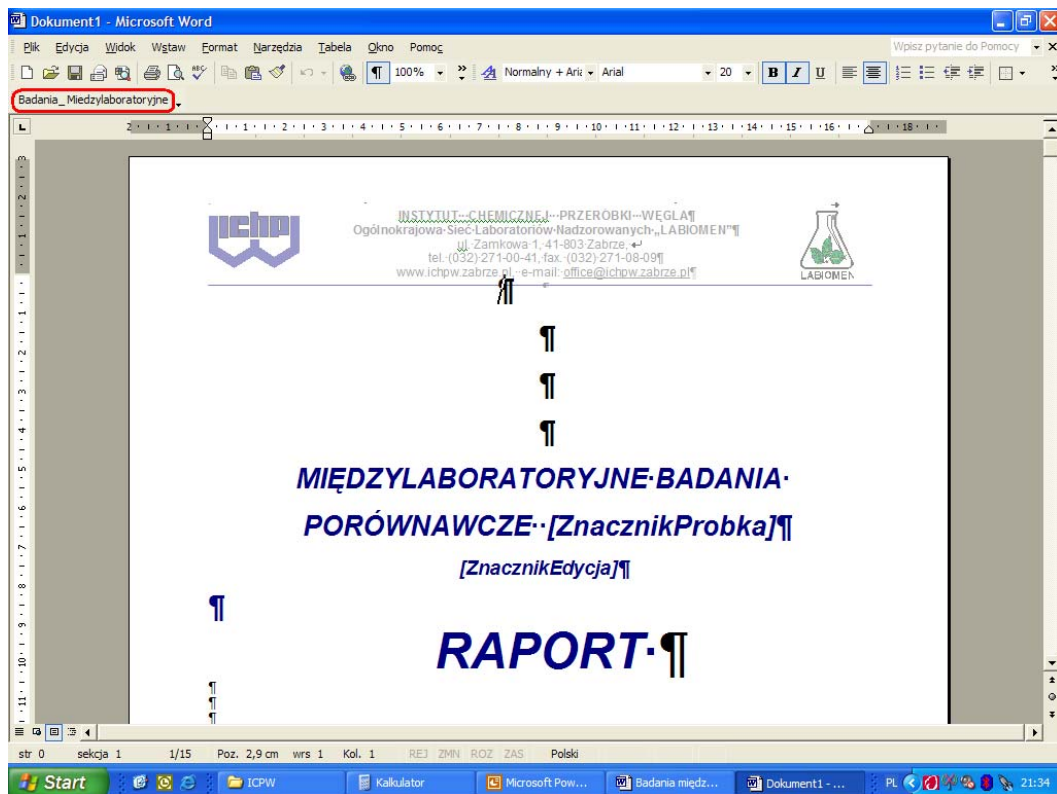
Do tak przygotowanej struktury danych po każdej edycji badań międzylaboratoryjnych koordynator badań wprowadza wyniki uzyskane przez laboratoria. Przygotowany arkusz jest podstawą do wykonania wszystkich obliczeń statystycznych.



Chociaż przyjętym formatem danych przechowywania jest arkusz *STATISTICA*, może to być również dowolna relacyjna baza danych (np. MS ACCESS, SQL Server czy MySQL).

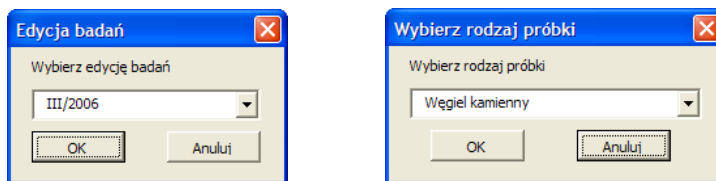
Uruchomienie i wykonania raportu

W celu uruchomienia raportu podsumowującego edycję badań wystarczy kliknąć dwukrotnie myszką na szablonie raportu, a następnie w otwartym w ten sposób dokumencie wybrać przycisk *Badania_miedzylaboratoryjne*. Spowoduje to uruchomienie procedur zawartych w szablonie – w tle uruchomiony zostanie program *STATISTICA* wraz z plikiem zawierającym dane do obliczeń. Dokument raportu może wyglądać jak na rysunku poniżej.



Rys. 3. Szablon raportu przygotowanego dla Instytutu Chemicznej Przeróbki Węgla.

Po uruchomieniu raportu system odczytuje ze zbioru danych informacje odnośnie przeprowadzonych edycji badań oraz rodzajów próbki, jakiej dotyczyło badanie. Na podstawie tych informacji użytkownik określa, której edycji badań ma dotyczyć analiza i dla jakiego rodzaju próbki powinna zostać wykonana. Po określeniu tych parametrów w tle rozpoczyna się analiza statystyczna zgromadzonych danych, a wyniki są automatycznie wklejane w odpowiednie miejsca w raporcie.



Rys. 4. Parametry analizy określane przez użytkownika.

Po ukończeniu analizy pojawia się komunikat o zakończeniu obliczeń. Przygotowany raport zawiera wyniki obliczeń wraz z komentarzami, a także stosowne wykresy. Po dodaniu wstępu raport stanowi gotowy dokument, który nie wymaga dodatkowego nakładu pracy ze strony osób koordynujących badanie.

Zawartość raportu podsumowującego edycję badań

Zawartość raportu odzwierciedla zalecenia drugiej części normy PN-ISO 5725¹, rozszerzone o dodatkowe analizy, takie jak: *z-score*, karty kontrolne z testami konfiguracji czy testy normalności.

Zestawienie wyników badań

Pierwszym elementem raportu jest tabela zawierająca zestawienie wyników badań. Dane te pobierane są z arkusza *STATISTICA* i przesyłane do raportu, a następnie automatycznie formatowane. Przykładowa tabela zawierająca dane z wynikami badań została zamieszczona poniżej.

Tabela 1. Przykładowe dane z wynikami badań.

Kod Lab.	Wilgoć, W ^a , [%]			Popiół, A ^d , [%]		
	Wynik 1	Wynik 2	Wynik 3	Wynik 1	Wynik 2	Wynik 3
1	8,30	8,30	8,30	0,70	0,70	0,70
2	8,17	8,10	8,12	0,62	0,62	0,63
3	8,38	8,27	8,24	0,62	0,62	0,60
4	8,20	8,22	8,22	0,82	0,82	0,82
5	8,40	8,40	8,40	0,50	0,50	0,50
6	8,17	8,15	8,17	0,70	0,70	0,70
7	8,14	8,15	8,17	0,65	0,65	0,65
8	8,34	8,38	8,51	0,57	0,55	0,62
9	8,29	8,30	8,30	0,59	0,61	0,60
10	8,28	8,32	8,47	0,63	0,64	0,62

¹ PN-ISO 5725-2:2002 Dokładność (poprawność i precyzja) metod pomiarowych i wyników pomiarów. Część 2: Podstawowa metoda określania powtarzalności i odtwarzalności standardowej metody pomiarowej.

Metoda graficzna sprawdzania zgodności

Kolejnym elementem raportu jest sprawdzenie zgodności pomiarów wykonywanych przez laboratoria uczestniczące w edycji badań metodą graficzną. W metodzie tej stosuje się dwie miary, nazywane statystykami h i k Mandela. Wskaźnik h Mandela testuje zgodność międzylaboratoryjną wyników, a wskaźnik k Mandela przedstawia ich zgodność wewnątrzlaboratoryjną. Ta część raportu składa się z dwóch części:

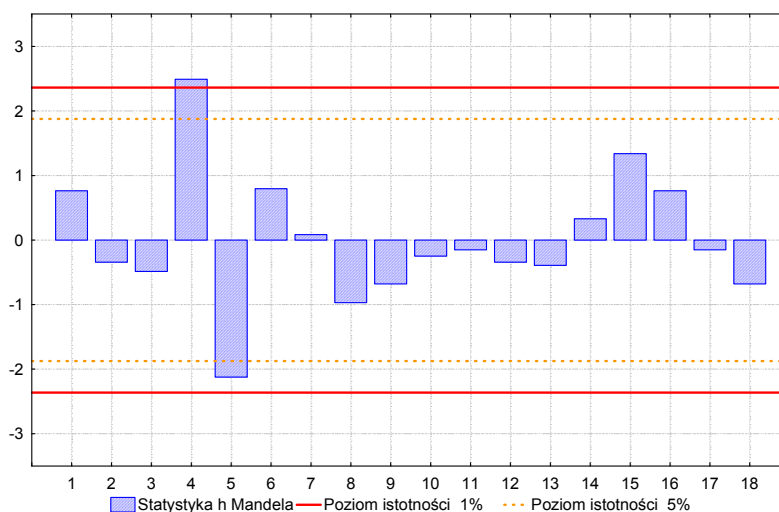
- ♦ omówienia wyników określającego laboratoria, które uzyskały wyniki wątpliwe bądź odstające (fragment omówienia poniżej) oraz
- ♦ odpowiednich wykresów obrazujących statystyki h i k Mandela (poniżej).

Jeśli jakiegokolwiek laboratorium uzyskało dla danego parametru wynik przekraczający ustalone wartości krytyczne, w raporcie zostaje to automatycznie odnotowane w odpowiednim komentarzu. Przykładowy fragment takiego komentarza znajduje się w ramce poniżej.

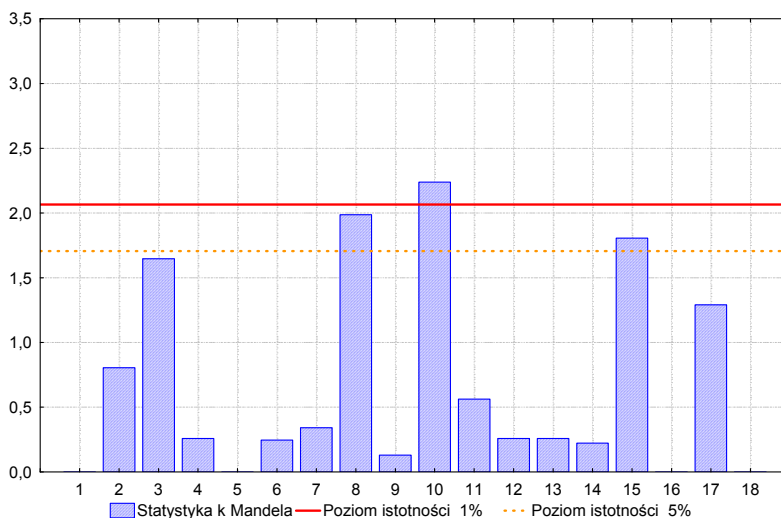
Ramka 1. Przykładowy fragment komentarza metody graficznej sprawdzania zgodności.

Statystyka Mandela h zgodności międzylaboratoryjnej dla wyników badań próbki **Bio-masa** ujawnia, że wyniki wątpliwe uzyskało:
– laboratorium o kodzie 5 dla oznaczenia **Popiół, A^d, [%]**

Dodatkowo dla każdego mierzonego parametru tworzone są wykresy słupkowe przedstawiające statystykę h i k Mandela z naniesionymi dodatkowo liniami oznaczającymi wartości krytyczne na dwóch poziomach istotności 5% i 1%, co pozwala na prostą ocenę zgodności pomiarów laboratoriów. Poniżej zamieszczono przykładowe wykresy dla statystyk h i k Mandela.



Rys. 5. Wykres statystyki h Mandela dla przykładowego parametru.



Rys. 6. Wykres statystyki k Mandela dla przykładowego parametru.

Metoda obliczeniowa sprawdzania zgodności

Kolejnym elementem raportu jest sprawdzenie zgodności pomiarów za pomocą metody obliczeniowej. Metoda obliczeniowa sprawdzania zgodności opiera się na dwóch testach statystycznych:

- ◆ teście C-Cochrana,
- ◆ teście G-Grubbsa.

Test *Cochrana* pozwala na weryfikację założenia, że między laboratoriami są tylko nieznaczne różnice wartości wewnątrzlaboratoryjnej, tak więc wskazuje laboratoria, których wariancja wewnątrzlaboratoryjna jest znacząco większa od pozostałych jednostek. Test *Grubbsa* natomiast umożliwia zbadanie zgodności międzylaboratoryjnej wyników w danej edycji badania.

Raport analiz zawiera zestawienie wyników każdego z testów oraz ich dyskusję wraz z wyszczególnieniem tych laboratoriów, które nie spełniają przyjętych granic poprawności. Poniżej zamieszczono przykładową tabelkę z wynikami testu *C-Cochrana* oraz fragment dyskusji wyników. Podobne elementy zawiera część raportu poświęcona testowi *Grubbsa*

Tabela 2. Przykładowa tabela z wynikami testu *C-Cochrana*.

Parametr	Wilgoć, W^a , [%]	Popiół, A^d , [%]	Siarka, S^d , [%]	Ciepło Qds, [J/g]
C	0,278 (18,3)	0,549 (18,3)	0,555 (16,3)	0,174 (18,3)
Kod laboratorium	10	8	4	8
W nawiasach podano liczbę laboratoriów oraz liczbę wyników badania				

Ramka 2. Przykładowy fragment dyskusji wyników testu *C-Cochrana*.

W badaniu próbki **Biomasa** odstające wartości odchyłeń standardowych powtarzalności wyników eksperymentu występują dla:

- laboratorium o kodzie 8 dla oznaczenia parametru **Popiół, A^d, [%]**
- laboratorium o kodzie 4 dla oznaczenia parametru **Siarka, S^d_t, [%]**

W badaniu próbki **Biomasa** nie stwierdzono niepewnych wartości odchyłeń standardowych powtarzalności wyników eksperymentu.

Obliczenia zbiorcze

Kolejny punkt raportu zawiera obliczenia zbiorcze wyników laboratoriów dla poszczególnych parametrów. W skład wykonywanych obliczeń wchodzi: miara położenia, rozrzutu i rozstęp wyników badań, a także średnia ogólna i odchylenie standardowe odtwarzalności S_R . Wykonując obliczenia, kierowano się wytycznymi zawartymi w normie PN-ISO 5725-2, pomijając ewentualne wyniki odstające ujawnione testem *Grubbsa*.

Tabela 3. Fragment wyników zbiorczych.

Kod laboratorium	Badany parametr			
	Wilgoć, W ^a , [%]	Popiół, A ^d , [%]	Siarka, S ^d _t , [%]	Ciepło Qds, [J/g]
1	y ₁ =8,30 s _{r1} =0,0000 R ₁ =0,00	y ₁ =0,70 s _{r1} =0,0000 R ₁ =0,00	y ₁ =0,020 s _{r1} =0,0000 R ₁ =0,000	y ₁ =20462,3 s _{r1} =32,3471 R ₁ =57,0
2	y ₂ =8,13 s _{r2} =0,0361 R ₂ =0,07	y ₂ =0,62 s _{r2} =0,0058 R ₂ =0,01	y ₂ =0,017 s _{r2} =0,0006 R ₂ =0,001	y ₂ =20354,7 s _{r2} =14,3643 R ₂ =27,0
3	y ₃ =8,30 s _{r3} =0,0737 R ₃ =0,14	y ₃ =0,61 s _{r3} =0,0115 R ₃ =0,02	y ₃ =0,020 s _{r3} =0,0020 R ₃ =0,004	y ₃ =20270,0 s _{r3} =45,0333 R ₃ =78,0
4	y ₄ =8,21 s _{r4} =0,0115 R ₄ =0,02	y ₄ =0,82 s _{r4} =0,0000 R ₄ =0,00	y ₄ =0,042 s _{r4} =0,0042 R ₄ =0,008	y ₄ =20474,7 s _{r4} =64,7482 R ₄ =128,0
5	y ₅ =8,40 s _{r5} =0,0000 R ₅ =0,00	y ₅ =0,50 s _{r5} =0,0000 R ₅ =0,00		y ₅ =17166,7 s _{r5} =17,5024 R ₅ =35,0

Ocena osiągnięć laboratoriów

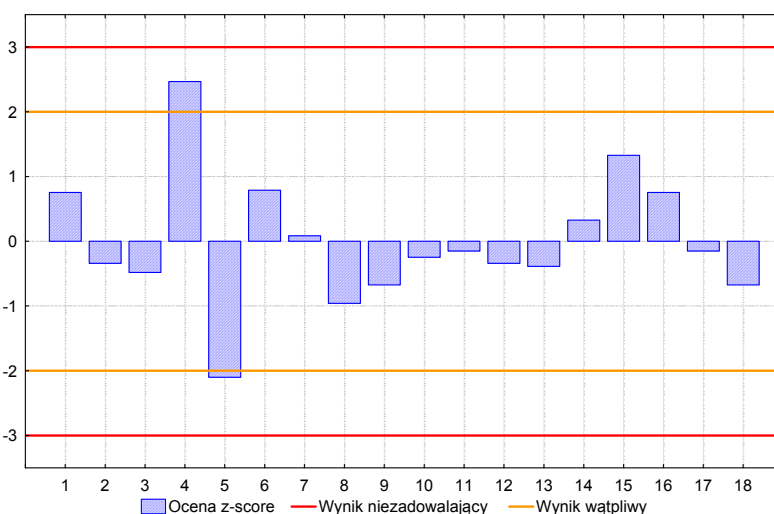
Kolejna część raportu zawiera obliczenia mające na celu ocenę biegłości laboratorium. Do oceny biegłości użyto wskaźnika *z-score* obliczonego zgodnie z wytycznymi przewodnika ISO/IEC GUIDE 43-1:1997(E). Otrzymane wyniki *z-score* przedstawiono zarówno w formie tabeli, jak i stosownego wykresu (patrz poniżej).

Tabela 4. Fragment tabeli zawierającej wyniki *z-score*.

Kod laboratorium	Badany parametr			
	Wilgoć, W^a , [%]	Popiół, A^d , [%]	Siarka, S^d , [%]	Ciepło Qds, [J/g]
1	-0,04	0,75	0,52	0,11
2	-1,46	-0,34	-0,35	-0,58
3	-0,07	-0,48	0,52	-1,12
4	-0,76	2,47	6,33	0,19
5	0,80	-2,10		-20,93

Wyniki * – poziom wątpliwy (w tabeli kolor niebieski)

Wyniki * – poziom niezadawalający (w tabeli kolor czerwony)

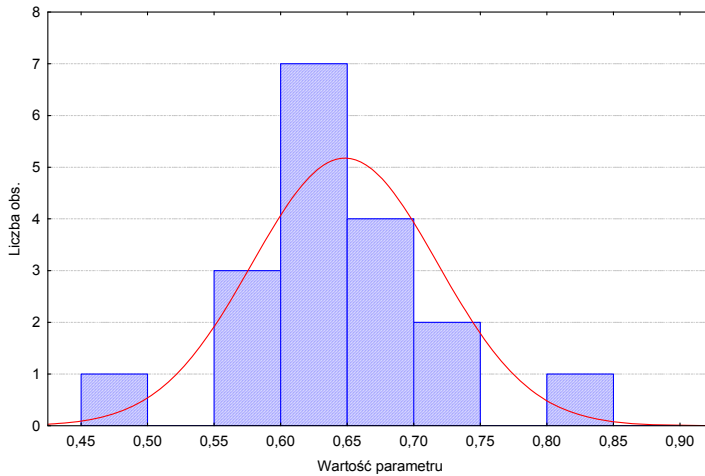

 Rys. 7. Przykładowy wykres *z-score*.

Analiza rozkładu parametrów

W kolejnej części raportu weryfikowane są założenia o normalności wartości średnich uzyskanych danych za pomocą testu *Shapiro-Wilka*. Dla badanych próbek uzyskane przez uczestników wartości średnie wyników, dla danego parametru, przedstawiono również w postaci histogramów. Na każdym z histogramów naniesiona została teoretyczna krzywa rozkładu normalnego (Gaussa), dopasowana do danych tworzących histogram.

 Tabela 5. Przykładowa tabela z wynikami testu *Shapiro-Wilka*.

	Wilgoć, W^a , [%]	Popiół, A^d , [%]	Siarka, S^d , [%]	Ciepło Qds, [J/g]
p	0,58905	0,32644	0,43886	0,15965



Rys. 8. Histogram wartości średnich badanego parametru.

Ocena niejednorodności obiektów badań

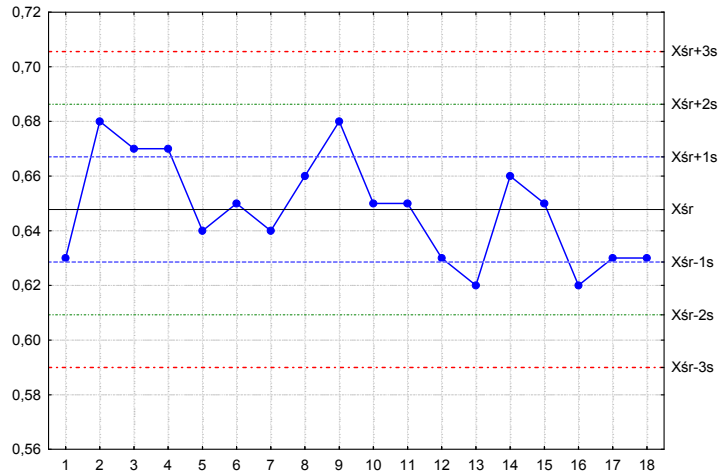
Odrębnym elementem raportu jest część poświęcona ocenie niejednorodności obiektów badań. W tej części analizowanymi obiektami nie są pomiary dostarczone przez laboratoria, ale wyniki uzyskane przez organizatora badań w odrębnym procesie pomiaru wylosowanych próbek. Ta część raportu zawiera analizy mające na celu:

- ◆ sprawdzenie czy w zbiorze danych występują wartości odstające (na podstawie testu *Dixona*),
- ◆ obliczenie statystyk opisowych, między innymi: liczba pomiarów, wartość średnia, błąd względny i bezwzględny, odchylenie standardowe, współczynnik zmienności, odchylenie standardowe średniej, niepewność standardowa typu A, statystyka t-Studenta, powtarzalność, przedział ufności średniej,
- ◆ wyznaczenie karty kontrolnej Shewharta oraz testów konfiguracji dla karty kontrolnej.

Poniżej zamieszczono przykładową kartę kontrolną (rys. 9) oraz zestawienie testów konfiguracji zamieszczanych w raporcie.

Tabela 6. Zestawienie testów konfiguracji.

Test konfiguracji	Biomasa
Wynik leży poza granicami 3s	0
8 kolejnych wyników leży po tej samej stronie linii centralnej	0
2 z 3 wyników leży w obszarze od 2s do 3s	0
4 z 5 wyników leży w obszarze od 1s do 2s	0



Rys. 9. Przykładowa karta kontrolna.