

Streszczenie

Rozprawa doktorska pt. „System ekspertowy wspomagający kontrolę jakości pomiaru w laboratorium badawczym” została zrealizowana w pracowni Teorii i Zastosowań Elektrood na Wydziale Chemii Uniwersytetu Warszawskiego pod opieką naukową dr hab. Wojciecha Hyk.

Celem rozprawy doktorskiej było opracowanie założeń do systemu ekspertowego, który umożliwi wsparcie w procesie kontroli jakości pomiarów wykonywanych w laboratorium badawczym. Prowadzone prace badawcze nie skupiły się tylko na laboratoriach analitycznych, które posiadają zwykle wdrożony system zarządzania jakością, ale również i na laboratoriach przemysłowych. W przypadku tych drugich sama specyfika ich działania – praktycznie w systemie ruchu ciągłego z uwagi na stałą kontrolę procesów technologicznych, wymusza zmiany w systemie kontroli jakości wykonywanych pomiarów. Wynika to zarówno z dostępności technicznej urządzeń oraz warunków ekonomicznych sprawowanego nadzoru metrologicznego. Niewłaściwie wykonane pomiary wiążą się z poważnymi skutkami finansowymi z powodu błędnie prowadzonego procesu technologicznego lub naliczenia kar środowiskowych. Proponowany system ekspertowy opiera się na wsparciu badacza we właściwym sformułowaniu problemu metrologicznego oraz podjęciu odpowiedniego procesu decyzyjnego umożliwiającego wykonanie eksperymentu badawczego kontroli jakości pomiarów na bazie posiadanej wiedzy i materiałów.

Przedmiotowa rozprawa podzielona została na dwie główne części: teoretyczną (literaturową) oraz badawczą.

Część teoretyczna swoim zakresem obejmuje dwa rozdziały. Pierwszy, stanowi wprowadzenie do tematyki szeroko rozumianej kontroli jakości w laboratorium analitycznym. W sposób uporządkowany przybliżono ogólnodostępną wiedzę umożliwiającą poruszanie się badaczowi w obszarze kontroli jakości. Przytoczone zostały podstawowe definicje oraz procesy - od tych prostych po bardziej skomplikowane, które pozwalają na uznanie wyniku pomiaru za miarodajny i wiarygodny. Przedstawiono proces zapewnienia jakości pomiarów w laboratorium w sposób przejrzysty - od przywołania cyklu życia metody badawczej, poprzez dalsze jego elementy - takie jak błędy pomiarowe, walidację metody, szacowanie niepewności pomiaru, aż po zapewnienie spójności pomiarowej. W szerokim zakresie opisano metody weryfikacji prowadzonego procesu kontroli jakości poprzez prowadzenie bieżącej oraz zewnętrznej kontroli jakości badań. W aspekcie prowadzenia bieżącej kontroli jakości

pomiarów z użyciem kart Shewharta, autor zestawia obowiązujące reguły oraz analizuje je na podstawie własnej, wygenerowanej w procesie badawczym karty Shewharta pojedynczych pomiarów X . dopełnieniem tej części rozdziału jest przedstawienie metod umożliwiających nadzór oraz utrzymanie prawidłowego statusu metrologicznego urządzeń pomiarowych. Rozdział zamykający część teoretyczną rozprawy, porusza aspekt podejmowania decyzji. Z punktu widzenia wykonanych prac badawczych oraz opracowania założeń do systemu ekspertowego, przeprowadzona w tej części analiza pozwala na poznanie „optyki”, która służy tworzeniu algorytmów decyzyjnych, wyznaczaniu ich kryteriów oraz dokonywania oceny. Rozdział zakończono analizą przypadku zastosowania algorytmu decyzyjnego uwzględniającego bias w szacowaniu niepewności pomiaru.

Część badawcza rozprawy doktorskiej opisuje działania i przeprowadzone eksperymenty/analizy badawcze mające na celu opracowanie założeń do tytułowego systemu ekspertowego. Ponieważ system ekspertowy rozwiązuje złożone problemy dzięki możliwości wyboru decyzji podjętej na podstawie analizy informacji zawartych w bazie danych, analiza problemów w części badawczej oparta jest właśnie o schematy decyzyjne. Stopień złożoności problemów badawczych, ale przede wszystkim niestandardowy sposób ich rozwiązania, wyraża naukowe podejście będące przedmiotem rozważań rozprawy doktorskiej. W części badawczej skupiono się na problemie zapewniania spójności pomiarowej przyrządów pracujących w warunkach niestandardowych; procesie kalibracji urządzeń wykonujących pomiar tej samej cechy, ale różnymi metodami badawczymi; problemie szacowania niepewności standardowej z wykorzystaniem funkcji w postaci niejawnej oraz oszacowaniu i uwzględnieniu niepewności pomiaru w emisji pyłu do powietrza.

W pierwszej części pracy badawczej poruszono problem zapewnienia spójności pomiaru i sposobu jego realizacji w warunkach niestandardowych. Opracowana została metoda nadzoru metrologicznego nad urządzeniami pomiarowymi pracującymi w reżimie pomiaru ciągłego. Zaprojektowano procedurę oraz schemat decyzyjny postępowania, oparty na rozbudowanej analizie statystycznej wyników pomiarów powiązanych ze sobą urządzeń pomiarowych. W celu dokonania charakterystyki pracy urządzeń online oraz manualnego (uznanego za referencyjny) w reżimie przepływowym, wykonany został autorski układ pomiarowy umożliwiający szeregowo połączenie analizatorów. Uzyskano w ten sposób przepływ tej samej próbki przez porównywane analizatory. Układ testowano w warunkach rzeczywistych na jednym z obiektów energetycznych w Polsce. Spójność pomiarową zapewniono przez zastosowanie CRM dla warunków standardowych pracy analizatora referencyjnego.

Zaproponowana procedura pozwoliła na ocenę poprawności pracy analizatora online (z niepewnym dotąd statusem metrologicznym) poprzez wyznaczenie kryterium istotności różnicy wskazań porównywanych analizatorów online i manualnego (referencyjnego). Dokonana analiza obciążenia (bias) pozwoliła na wyznaczenie poprawki dla pomiaru wykonywanego analizatorem on-line w reżimie pomiaru ciągłego, przybliżając tym samym wynik do wartości rzeczywistej wielkości mierzonej. Wyznaczona niepewność rozszerzona błędu wskazania analizatora pH on - line pozwala otrzymany wynik traktować za rzeczowy i miarodajny.

Zaproponowana metoda nie była jak dotąd przedmiotem tak szerokiej analizy. Dotychczas zapewnienie spójności pomiarowej oraz ocenę poprawności wskazań analizatorów opierano na zastosowanym CRM. W metodzie jest to tylko pierwszy element badań, po którym prowadzona jest analiza na próbce rzeczywistej w warunkach przepływowych. Zaprezentowane podejście od strony naukowej, dzięki zastosowaniu narzędzi statystycznych, pozwala na potwierdzenie statusu metrologicznego analizatora on - line. Od strony praktycznej, nie zmniejsza dyspozycyjności urządzenia (brak konieczności jego demontażu) oraz ogranicza do minimum koszty sprawowania nadzoru metrologicznego nad analizatorem on-line.

Kolejne zagadnienie, które zostało poruszone w części badawczej, dotyczy doboru odpowiedniego modelu dopasowania dla krzywej kalibracyjnej. Problem jest o tyle ważny, że zwykle w trakcie rutynowej konstrukcji krzywej kalibracyjnej, jest całkowicie pomijany. W praktyce niemal automatycznie przyjmowany jest model regresji liniowej zwykłej, bez sprawdzenia podstawowych dwóch założeń liniowości funkcji. W trakcie eksperymentu zaproponowano schemat decyzyjny, w którym jasno określona została ścieżka postępowania, gdy wyznaczona funkcja dla krzywej kalibracyjnej ma postać liniową lub nieliniową. Wskazano narzędzia statystyczne oraz współczynniki, które należy obliczyć w celu weryfikacji poprawności wyboru modelu matematycznego.

Rozważania przeprowadzono na podstawie analizy wykorzystania krzywej kalibracyjnej do porównania dwóch metod oznaczania cząstek pyłu w powietrzu.

Aplikacja korelacji liniowej do porównania dwóch metod pomiarowych jest niestandardowym podejściem. Skutkami jej zastosowania, w stosunku chociażby do standardowo stosowanego do porównań testu *t*-Studenta, są możliwość analizy wyników na wielu poziomach wielkości mierzonej oraz ocena błędów systematycznych stałych i proporcjonalnych.

Zaproponowane podejście, dzięki wykorzystaniu regresji liniowej ważonej (X, Y), uwzględniającej niepewność obu skal oraz niejednorodność niepewności mierzonych wartości

zmiennej zależnej y , umożliwia dobór modelu matematycznego w przypadku niespełnienia żadnego z dwóch podstawowych założeń regresji liniowej zwykłej. Jak wykazały przeprowadzone w trakcie eksperymentu analizy i obliczenia, niewłaściwy dobór modelu regresji, prowadzi do błędnych wniosków.

Rozdział 4.3 rozprawy porusza problem braku powtarzalności sygnałów otrzymywanych na nanoelektrodach przy braku elektrolitu wspomagającego. Przeanalizowano wpływ niepewności rozkładu indywidułów jonowych (kontrolujących rzeczywisty współczynnik nadmiaru elektrolitu podstawowego) w warstwie przylegającej do elektrody, jako potencjalny czynnik wpływający na nieprzewidywalne i losowe zachowania woltamperometryczne naładowanych sond redoks na nanoelektrodach. Przeprowadzono obliczenia w oparciu o reguły propagacji niepewności standardowej przy założeniu rozkładu normalnego wielkości mierzonej. Alternatywnie, przy braku spełnienia warunku, że niepewność standardowa związana z wielkością mierzoną (ξ) jest znacznie mniejsza od wartości przypisanej tej wielkości, zastosowano symulację Monte Carlo. Dzięki opracowaniu graficznej relacji pomiędzy rozszerzoną względną niepewnością granicznego potencjału elektrostatycznego (95% przedział ufności) a względną złożoną niepewnością stosunku nadmiaru elektrolitu podstawowego równoważną brakowi elektrolitu wspomagającego w ultraczystym środowisku wodnym w sposób jednoznaczny wskazano kiedy i jaką należy stosować metodę szacowania niepewności.

W podrozdziale 4.4 rozprawy rozważaniom poddano sposób wyliczania oraz uwzględniania niepewności pomiaru przy stwierdzaniu przekroczeń dopuszczalnych wartości emisji do środowiska na przykładzie pyłu. Obowiązujące regulacje prawne i standardy w sposób niewłaściwy (niezgodny z naukowym podejściem do zagadnienia niepewności pomiaru) interpretują uwzględnianie niepewności rozszerzonej pomiarów, przyczyniając się tym samym do zwiększania dopuszczalnych limitów emisji.

Zaproponowany schemat decyzyjny w istotny sposób różni się od przyjętych regulacji. Sposób wyliczenia niepewności standardowej uwzględnia statystyczną zmienność wielkości błędu losowego w analizowanym zakresie pomiarowym, poprzez zastosowanie w wyliczeniach różnic względnych. Opracowana procedura zakłada oszacowanie rozszerzonej niepewności standardowej wartości średniej różnic względnych odpowiadających sobie wyników metody referencyjnej i testowanej oraz poziomu akceptacji wyników. Ocena wyników pod kątem przekroczenia dopuszczalnego poziomu akceptacji odbywa się na podstawie spełnienia

wyznaczonego kryterium. W rezultacie wyznaczane jest pasmo ochronne, które gwarantuje dotrzymanie przyjętych standardów emisji wyliczonych zgodnie z zaproponowaną procedurą. Sugerowany w rozprawie sposób interpretacji wyniku pomiaru z uwzględnieniem niepewności pomiaru pozwala na jednoznaczne stwierdzenie, czy faktycznie nastąpiło przekroczenie emisji, nie powodując przy tym wzrostu dopuszczalnej wartości o wyliczoną wartość niepewności rozszerzonej.

Ostatni rozdział rozprawy dotyczy założeń wypracowanych dla systemu ekspertowego kontroli jakości w laboratorium badawczym. Powstał on na bazie doświadczeń zdobytych w trakcie rozwiązywania problemów badawczych z zastosowaniem schematów decyzyjnych, które stanowią podstawę działania i rozwiązywania problemów przez system ekspertowy. Kluczem do sprawnego działania systemu jest interfejs użytkownika, który stanowi sposób komunikacji z wiedzą ekspercką zebraną w bazie danych. W pracy zaproponowano innowacyjne podejście do określenia definicji problemu metrologicznego. Został on oparty na umiejętnie dobranych elementach kwantujących, których odpowiednia kombinacja pozwala na rozwiązanie problemu na każdym etapie jego zaawansowania. Dzięki temu użytkownik otrzymuje „kontrolowaną” przez system swobodę działania, a dalsze decyzje i kroki postąpienia wykonuje niemalże intuicyjnie, bez konieczności posiadania rozszerzonej wiedzy z zakresu kontroli jakości w laboratorium badawczym. Opracowana baza danych pozwala na szerokie spektrum działań i tworzenie eksperymentów badawczych w wyniku wykonywania operacji logicznych w oparciu o przyjęte kryteria.

Podsumowanie

Novum z przeprowadzonych badań i rozważań w trakcie realizacji pracy doktorskiej jest wypracowanie wytycznych do stworzenia systemu ekspertowego umożliwiającego kontrolę jakości w laboratorium badawczym. Przeprowadzone eksperymenty badawcze oraz wypracowane metody, szczególnie w przypadku przemysłowych laboratoriów pomiarowych, pozwalają na łatwiejszą kontrolę jakości procesu pomiarowego oraz zapewnienie otrzymania wiarygodnego i miarodajnego wyniku pomiaru. Prezentacja możliwości zastosowania odpowiednio dobranych narzędzi statystycznych i modeli matematycznych pozwala na zapewnienie statusu metrologicznego urządzeń, zwłaszcza tych pracujących w reżimie pomiaru ciągłego, bez konieczności istotnego ograniczania ich dyspozycyjności. Niestandardowe zastosowanie modeli regresji liniowej do porównywania różnych metod badawczych realizujących pomiar tej samej cechy, pozwala na zebranie istotnych statystycznie danych,

umożliwiających sprawną kontrolę metody badawczej względem referencyjnej. Pionierskie podejście do tematu uwzględnienia niepewności pomiaru w emisjach do powietrza, pozwala z pełną odpowiedzialnością, poprzez wyznaczenie pasma ochronnego, na stwierdzanie przekroczeń w emisji na podstawie przyjętych kryteriów. Uzupełnieniem powyższego jest uporządkowanie wiedzy z zakresu metrologii i kontroli jakości w laboratorium badawczym przedstawione w części teoretycznej rozprawy.