

Az AMC technikai hírlevelek informális, de irányadó közlönyök az analitikai társadalom számára érdekes technikai ügyekről. Az RSC Analitikai Részlegének Analitikai Módszerek Bizottsága adja ki, gondosan lektorálva.

A technikai hírlevelek a webhelyén megtalálhatók: <http://www.rsc.org/membership/networking/interestgroups/analytical/amc/technicalbriefs.asp>

A J-diagram – egyszerű grafikon az analitikai minőségellenőrzésre

A J-diagram egyszerű grafikon, a Shewhart és CUSUM (Cumulative Sum Control Chart, kumulatív-összeg ellenőrző diagram) diagramok kombinációja analitikai minőségellenőrzésre.

Az egy vagy több kontroll anyag analízise eredményeinek értékelésén alapuló belső minőségi ellenőrzés (Internal quality control, IQC) minden analitikai sorozatban a rutin analízis nélkülözhetetlen része. Az eredmények értékelése rendszerint a jól ismert Shewart, vagy CUSUM diagramon alapul (Thompson, 1995). A J-diagram (vagy zóna-ellenőrző diagram) (Jaehn, 1987, 1991) nagyon hasznos, de kevésbé ismert alternatíva. Ez tájékoztatást szolgáltat mindkét hagyományos diagramról, nagyon hatékonyan kimutatva mind a hirtelen változásokat, mind a kapott eredmény mozgását. Könnyű kialakítani és alkalmazni. Ámbár létezik számítógép-alapú kivitelezése, a J-diagram hasonlóan jól alkalmazható a kézi diagram-készítési módszerekhez.

Az IQC eredmények értékelése, amely univerzális dolog a rutin analitikai műveleteknél, biztosítja, hogy a folyamatban lévő eredmények megmaradjanak, eleget téve a célnak történő megfelelésnek, és hogy a várt értékektől való hirtelen eltérés, vagy az elmozdulás kezdete azonnal felismerhető legyen. A „zóna-ellenőrző diagram” (Jaehn, 1987, 1991) (más néven J-diagram) egyszerű és nagyon hatékony eszköz a rutin analitikai IQC monitorozására, amelynél az egy, vagy több kontroll-anyagon kapott eredményeket az analízis mindenegyes sorozatánál összegyűjtik. A J-diagram kombinálja mind a hagyományos Shewart, átlagot ellenőrző diagram, mind a kumulatív-összeg ellenőrző sémák szempontjait. (Lásd Howarth, 1995 az egy-variációjú minőségi

ellenőrzés ábrázolási módszereinek áttekintésére.) Jóllehet a J-diagramot számos statisztikai csomagban alkalmazzák, pl. SAS® és MINITAB® (ahol zóna diagramnak nevezik). A módszer egyszerűen kivitelezhető manuálisan is.

Referencia-értékek kialakítása

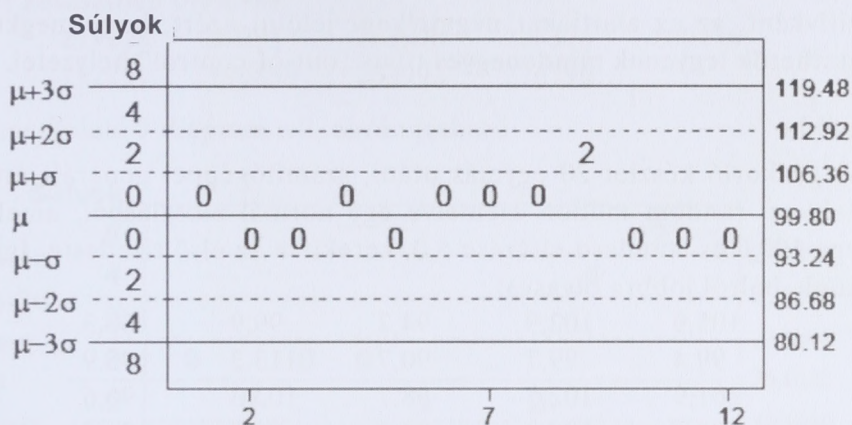
Az IQC-nél, mint más minőségellenőrzési módszernél, némi előzetes munkát kell elvégezni, hogy az ellenőrzött anyagot leíró paraméterek megbízható becslését alakítsuk ki. Ezek: az átlagérték (μ), a sorozatról-sorozatra vonatkozó variációt jellemző standard eltérés (σ). (Más szavakkal, a sokszorozott eredményeket különálló analitikai eljárásokból kell nyerni – az ismétlések standard eltérése túlságosan kicsi lenne.) Továbbá, az eredményeket akkor kell megkapni, amikor az analitikai rendszer statisztikai ellenőrzés alatt működik.

A becsléseket ezért legalább 10 előző megfigyelésre kell alapozni (χ_i). A megfigyelések lehetnek akár egyszeri eredmények, akár sorozaton belüli átlagok (meghatározott számú sokszorozásra alapozva), amelyek egyedi „megfigyeléseknek” tekinthetők IQC célokra. Gondot kell fordítani arra, hogy eltávolítsák vagy súlytalanítsák a kétséges, kiugróan eltérő adatot ebben a „gyakorló”-fázisban kapott valamennyi adatból, mielőtt kiszámolják az átlagértéket vagy a sorozatok közötti standard eltérést. Kiegészítő lépés, amely használható a jobb becslés érdekében a Nelson [1982] ajánlás beillesztése, amely minimalizálja az adatokban jelenlévő lokális trend vagy ingadozás okozta változékonyság hatásait. A Nelson módszerben a σ becslésére kiszámolják az átlagos mozgási tartományt (MR), azaz a párok egymás utáni különbségének összegét veszik ($\chi_2 - \chi_1$), ($\chi_3 - \chi_2$) stb., tekintet nélkül az előjelre és elosztják a párok összes számával. Ekkor az adódó standard eltérés $\sigma = 0,8865 \times MR$.

A J-diagram

Miután meghatároztuk a μ és a σ értékét, abban a helyzetben vagyunk, hogy összeállíthatjuk a J-diagramot. Ennek a függőleges tengelyén vannak a σ egységek, a vízszintesen az idő. A vízszintes középvonal megfelel a σ -nak. Három egyenlő szélességű sáv, vagy „zóna” kerül megjelölésre vízszintesen a középvonal mindkét oldalán; határvonalaiik megfelelnek a $\mu \pm \sigma$, $\mu \pm 2\sigma$ és $\mu \pm 3\sigma$ értékeknek. Ezeket az

értékek, hivatkozás céljából, megfelelően a sávok végére írhatók, ahol ezek a diagram függőleges tengelyével találkoznak.



1. ábra: Megfigyelések száma

Tegyük fel, hogy az első megfigyelés az újonnan működő analitikai rendszerből most készült (χ_1):

- Ha a χ_1 megfigyelés $\mu - \sigma$ és $\mu + \sigma$ közé esik, akkor 0 számmal jelöljük.
- Ha a χ_1 $\mu + \sigma$ és $\mu + 2\sigma$, vagy $\mu - 2\sigma$ és $\mu - \sigma$ közé esik, 2 számmal jelöljük.
- Ha a χ_1 $\mu + 2\sigma$ és $\mu + 3\sigma$, vagy $\mu - 3\sigma$ és $\mu - 2\sigma$ közé esik, 4 számmal jelöljük.
- Ha a χ_1 legkülső zónák bármelyikébe esik (nagyobb, mint $\mu + 3\sigma$, vagy kisebb, mint $\mu - 3\sigma$), 8 számmal jelöljük.

Amint az egymást követő megfigyelések hozzáférhetővé válnak, a számok összegyűlnek és a kumulatív összeget beírják a zóna közepébe a diagram megfelelő pontján. Azonban, amint egy új megfigyelés a középvonal ellenkező oldalára esik az éppen megelőző megfigyeléshez viszonyítva, az egész számot nullává törlik és a kumuláció újból megindul, kezdve az aktuális számmal. Mihelyt az összes szám eléri vagy túlhaladja a 8-at, a rendszer ellenőrzés nélkülinek („out-of-control”) tekintendő, és a probléma okát meg kell vizsgálni az analízis újratezdése előtt.

Ámbár ajánlottak alternatív számolási sémát (és használható például a Minitab kivitelezésben), a Jaehn-sémát egyszerűnek találták mind

felhasználó vonzására, mind a kielégítő végigvitelre a gyakorlatban. A séma számítógép-alapú bevezetésénél, ahol nem szükségképpen igényelnek grafikus kijelzést, informatív a középvonal feletti számokat pozitívként, az ez alattiakat negatívként jelölni azért, hogy megkülönböztethetők legyenek mindenegyus típus „out-of-control” helyzetei.

1. példa

A gyakorló készlet 20 egymás utáni, számítógéppel generált értéket tartalmaz, random módon kiemelve egy normál eloszlásból, amelynek átlaga 100,0 és standard eltérése 5,0, kerekítve az első tizedesig. Így van nekünk, balról jobbra olvasva:

105,9	102,9	94,7	99,9	100,3
99,4	99,7	90,7	113,3	95,9
101,9	102,7	98,7	103,3	96,6
96,7	107,3	93,2	86,5	106,5

Itt $\mu = 99,80$, $MR = 7,40$ és $\sigma = 6,56$.

A teszt-készlet a következő 12 szimulált értéket tartalmazza, keresztben olvasva:

104,6	99,0	98,4	103,5	93,5
104,0	102,0	100,9	112,3	96,1
99,0	96,9			

A megfelelő J-diagram az 1. ábrán látható (fentebb). Amint az a random normál adatokból várható volt, a szimulált analitikai rendszer teljes ellenőrzés alatt állónak tűnik.

2. példa

Ez a példa 27Al (ppb) eredményeket használ fel, amelyeket egy sok-sorozatú NIST élelmiszer referencia anyag adatkészletéből vettek ki. Az összes, sok-izotópos adat előzetes tanulmányozása azt mutatta, hogy kevés korai meghatározás (amelyek szükségképpen képezik a gyakorló-készletet) volt multivariáns kívülálló, ezért a sok-izotópos meghatározások ezen 5 készletének megfelelő megfigyeléseket törölték a gyakorló készletből. A végleges gyakorló-készlet 27Al értékei (keresztben olvasva):

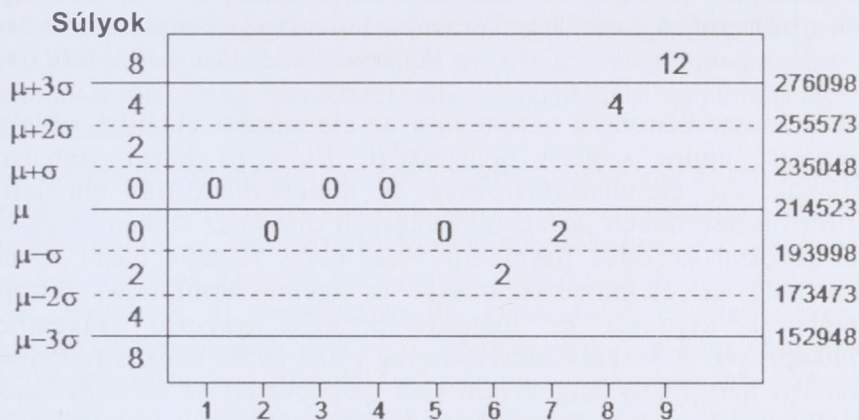
245253	221548	227207	213298	228872
212280	223115	185191	207478	212904
186244	219228	202954	221978	224347
200476				

Itt $\mu = 214523$, $MR = 23153$ és $\sigma = 20525$ ppb.

A következő teszt-készlet első 9 meghatározásának eredményei (ismét keresztben olvasva):

219228	202954	221978	224374	200476
192291	199859	263992	276790	

A megfelelő J-diagram a 2. ábrán látható



2. ábra: Megfigyelések száma

Megfigyelések száma

Úgy tűnik, hogy a 6. megfigyelést követően a méréseknél rendszeres eltérés kezdődött. Ez elérte az „out-of-control” nagyságot (tizenkettes kumulatív számmal) a 9. megfigyelésnél. Ilyen körülmények között a nyilvánvaló eltérés okát vizsgálni kell és helyesbíteni a további analízis elvégzése előtt, a IQC alapvető gyakorlatának megfelelően.

Irodalom

- Thompson M and Wood R, Pure Appl. Chem., 1995, **67**, 649-666.
Jaehn A H, Technical Association of the Pulp and Paper Industry Journal, 1987, **87**, 159-161.
Jaehn A H, Quality Progress, 1991, **24**, 65-68.
Howarth R J, Analyst, 1995, **120**, 1851-1873.
Nelson L S, Journal of Quality Technology, 1982, **14**, 172-173.

Fordította: Bíró György