

ANALIZA ZDOLNOŚCI SYSTEMU POMIAROWEGO ZAWARTOŚCI TLENU W CZYNNIKU ODDECHOWYM DLA NURKÓW

Arkadiusz Woźniak¹⁾, Waław Krysak²⁾

¹⁾ Katedra Technologii Prac Podwodnych, Akademii Marynarki Wojennej w Gdyni

²⁾ Wydział Mechaniczno-Elektryczny, Akademii Marynarki Wojennej w Gdyni

STRESZCZENIE

Utrzymanie stabilnej zawartości tlenu w procesie ekspozycji hiperbarycznej z wykorzystaniem powietrza oddechowego ma istotne znaczenie dla bezpieczeństwa nurków i techniki nurkowej. W artykule przedstawiono analizę zdolności wytypowanego do badań systemu pomiarowego¹ do kontroli zawartości tlenu w atmosferze oddechowej obiektu hiperbarycznego. Kwalifikację systemu pomiarowego przeprowadzono pod kątem wymagań nadzorowanego procesu. Ocenę wytypowanego do badań systemu pomiarowego przeznaczonego do kontroli zawartości tlenu z wykorzystaniem procedur MSA² przeprowadzono w KTHP AMW³ dla kompleksu DKG-120⁴.

Słowa kluczowe: analiza systemu pomiarowego, jakość powietrza oddechowego, nurkowe czynniki oddechowe, systemy pomiarowe, zmienność procesu.

ARTICLE INFO

PolHypRes 2021 Vol. 74 Issue 1 pp. 7 – 22

ISSN: 1734-7009 eISSN: 2084-0535

DOI: 10.2478/phr-2021-0001

Strony: 16, figury: 8, tabele: 1

page **www of the periodical:** www.phr.net.pl

Publisher

Polish Hyperbaric Medicine and Technology Society

Typ artykułu: oryginalny

Termin nadesłania: 14.09.2020 r.

Termin zatwierdzenia do druku: 27.01.2021 r.



WSTĘP

Jakość czynnika oddechowego stanowi fundamentalne znaczenie dla utrzymania bezpieczeństwa wykonywania prac podwodnych nurkowań i eksploatacji techniki nurkowej. W sposób znaczący oddziałuje również na rozwój technologii dystrybucji, produkcji i kontroli jakości powietrza oddechowego w procesach zasilania obiektów hiperbarycznych. Potrzeba utrzymania wysokiej jakości powietrza oddechowego stosowanego w nurkowaniach SZ RP wynika z postanowień obowiązujących krajowych wymagań normatywnych: NO-07-A005:2010, NO-52-A201:2012 [1,2], przepisów bezpieczeństwa obowiązujących w SZ RP [3] oraz dokumentów standaryzacyjnych NATO⁵, AdivP-04 [4,5]. Konieczność zapewnienia właściwej jakości powietrza oddechowego dla potrzeb przeprowadzenia ekspozycji hiperbarycznych, wymaga właściwej kwalifikacji i nadzoru metrologicznego użytkowanych systemów pomiarowych. Do badania składu powietrza oddechowego stosowane są przenośne i stacjonarne urządzenia pomiarowe oraz różnego rodzaju automatyczne systemy wskaźnikowe. W niniejszym artykule przedstawiono próbę kwalifikacji wybranego systemu przeznaczonego do pomiaru zawartości tlenu w powietrzu oddechowym oraz ocenę jego zdolności⁶ do nadzorowania procesu ekspozycji hiperbarycznych w Doświadczalnym Głębokowodnym Kompleksie Nurkowym (DGKN-120) w Katedrze Technologii Prac Podwodnych (KTPP AMW). Jako główne kryteria oceny systemu pomiarowego, planowanego do wykorzystania do nadzorowania procesu w celu zapewnienia adekwatnej możliwości jego oceny uważa się użyteczność i wiarygodność systemu pomiarowego dla potrzeb prowadzonego wnioskowania. Użyteczność rozumianą jako zdolność systemu do pomiaru danych w zdefiniowanych granicach tolerancji procesu przy zachowaniu wymaganej stabilności w czasie. Wiarygodność systemu pomiarowego, należy natomiast rozpatrywać, jako stopień dokładności, z którą przybliżona wartość mierzona przez system odwzorowuje wartość rzeczywistą.

Z punktu widzenia zagrożenia toksykologicznego i technicznego bezpieczną i efektywną realizację ekspozycji hiperbarycznych determinuje kontrola licznych, dynamicznie zmieniających się parametrów, włącznie z pomiarem i kontrolą składników atmosfery oraz udziału zanieczyszczeń szkodliwych [6]. W związku z powyższym implementacja pomiaru niektórych wartości w trybie online dla potrzeb monitoringu procesu pozwala na ograniczenie ryzyka występowania potencjalnych zagrożeń środowiska hiperbarycznego. Dlatego prowadzenie prawidłowego wnioskowania w zakresie zmian składu atmosfery, wymaga wykorzystania odpowiedniego narzędzia nadzoru rozumianego jako system pomiarowy o potwierdzonych własnościach metrologicznych. Potrzeba prowadzenia badań metrologicznych oraz walidacji systemów pomiarowych jest czynnikiem krytycznym oceny zdolności oraz poprawności funkcjonalnej systemów pomiarowych w technice hiperbarycznej. W niniejszej pracy opisano metodę kwalifikacji i oceny wybranego systemu do potrzeb pomiaru zawartości tlenu i nadzorowania procesu ekspozycji hiperbarycznej z zastosowaniem powietrza oddechowego w DGKN-120.

SYTUACJA PROBLEMOWA

Występujący w powietrzu atmosferycznym tlen jest składnikiem koniecznym do funkcjonowania organizmu ludzkiego. Jednakże w warunkach hiperbarii, staje się źródłem potencjalnych zagrożeń dla bezpieczeństwa nurków, jak i eksploatowanej techniki nurkowej. Monitorowanie zawartości tlenu w atmosferze obiektu hiperbarycznego odbywa się za pomocą systemów przeznaczonych do jego kontroli. Obecnie dostępne systemy pomiarowe umożliwiają identyfikację potencjalnych zagrożeń natury toksykologicznej i technicznej występujących podczas ekspozycji hiperbarycznych. Zagrożenia te nie będą przytaczane, gdyż zostały już opisane [6,7,8]. Wykorzystanie wiarygodnego systemu pomiarowego ma na celu zminimalizowanie ryzyka występowania tych zagrożeń. Osiągnięcie poziomu jakości krytycznego do prawidłowego funkcjonowania systemu pomiarowego, wymaga spełnienia przez system szeregu wymagań metrologicznych. System pomiarowy należy oceniać względem nadzorowanego procesu. Zadaniem analizowanego systemu jest nadzór procesu ekspozycji hiperbarycznej poprzez kontrolę zawartości tlenu w powietrzu oddechowym. Wedle przyjętych założeń każdy system powinien być użytkowany w sposób zapewniający utrzymanie zdolności pomiarowej adekwatnej do wymagań metrologicznych. Wnioskowanie o przebiegu procesu wymaga prawidłowej analizy i interpretacji wykonywanych pomiarów dokonanych za pomocą zdolnych systemów pomiarowych. Kierując się wymaganiami [9] PN-EN ISO 10012 efektywny system zarządzania pomiarami zapewnia jego przystosowanie do zamierzonego użycia oraz osiągnięcie celów dotyczących jakości produktu⁷ i procesu⁸. System ten musi być wiarygodny i użyteczny, a zatem powinien prowadzić pomiar w warunkach eksploatacyjnych z dokładnością zbliżoną do wymagań określonych w NO-07-A005:2019, NO-52-A201:2012 [1,2].

Zapewnienie poprawności i precyzji systemów pomiarowych determinują potrzebę wykonywania okresowej oceny zdolności zakwalifikowanych systemów wykorzystując w tym celu certyfikowany materiał odniesienia (wzorce pomiaru robocze⁹). Dla potrzeb walidacji systemu pomiarowego powinno się m.in. uwzględnić precyzję (odtwarzalność i powtarzalność) wykonywania pomiarów w tym zmienność pochodzącą od systemu pomiarowego i operatorów, liniowość, dokładność, granicę wykrywalności i oznaczalności oraz ustalić zakres wybranej metody [10].

CEL PRACY

Celem pracy jest ocena zdolności systemu pomiarowego stężenia procentowego tlenu w czynniku oddechowym dla nurków. Badany system pomiarowy jest elementem stanowiska pomiarowego dedykowanego do pomiaru zawartości tlenu w powietrzu oddechowym. Ocenę systemu przeprowadzono pod kątem jego kwalifikacji do nadzorowania procesu ekspozycji hiperbarycznej z zastosowaniem powietrza oddechowego w kompleksie DGKN-120. Walidację systemu pomiarowego prowadzono w oparciu o badania deklarowanych metrologicznych cech jakościowych oraz ewaluację możliwości dokonywania pomiarów w środowisku hiperbarycznym¹⁰ z uwzględnieniem wymaganych uwarunkowań

prawnych

i normatywnych obowiązujących w SZ RP [1,3]. Wiarygodność systemu zbadano analizując eksperymentalne dane empiryczne, uzyskane w trakcie pomiarów. Materiał pomiarowy pozyskano w trakcie wykonywania wielokrotnych pomiarów certyfikowanego materiału odniesienia.

BADANIA, MATERIAŁ I METODY

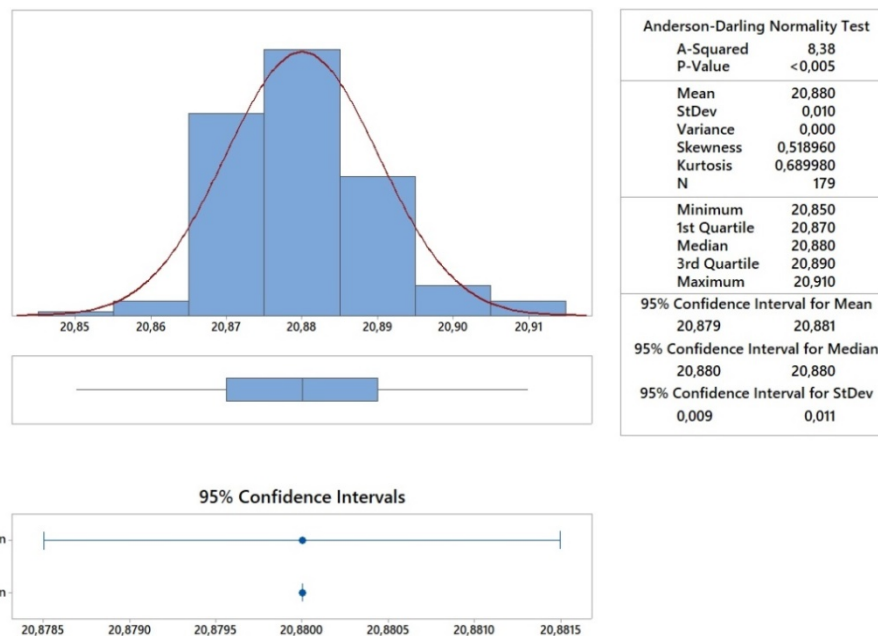
Dla potrzeb prowadzonej analizy poddano weryfikacji składowe precyzji systemu pomiarowego w zakresie oceny powtarzalności bez udziału odtwarzalności ze względu na wykorzystanie systemu zautomatyzowanego (pomiaru są wykonywane bez wpływu operatora). Zbadano również: dokładność, niepewność na tle przedziału tolerancji nadzorowanego procesu oraz rozdzielczość, jako składowe poprawności systemu pomiarowego. Identyfikację pomiarów odstających w serii $n=180$ pomiarów przeprowadzono za pomocą testów: Q-Dixona oraz Grubbsa. Dokonano weryfikacji hipotezy zerowej H_0 – w próbie brak jest obserwacji odstających, względem hipotezy alternatywnej H_1 – w próbie jest przynajmniej jedna obserwacja odstająca. Porównano otrzymane wartości funkcji testowych z wartościami krytycznymi. Na podstawie wyników analizy zdecydowano o odrzuceniu pomiaru nr 37 $x_{37}=20,82\%(v/v)$ z analizowanej serii danych empirycznych. W tab.1 przedstawiono podstawowe statystyki opisowe rozkładu empirycznych danych pomiarowych po eliminacji outlier.

Tab. 1

Zestawienie tabelaryczne statystyk opisowych danych dla $n = 179^{11}$ pomiarów wzorca $x_{wz} = 21,200 \pm 0,212\%(v/v)$ z dnia 15.01.2020 r.

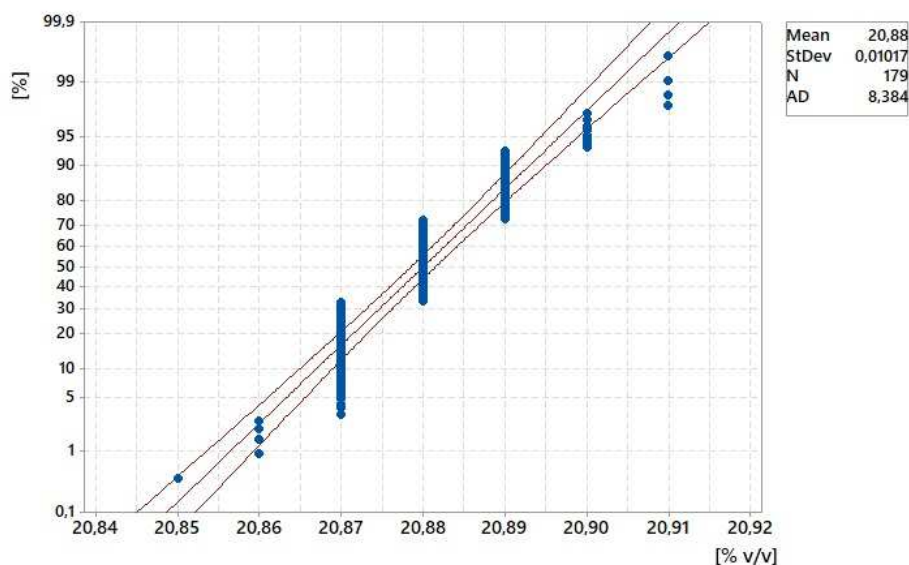
Statystyka	Wartość pomiaru	Jednostka
Liczba ważnych pomiarów	179	-
Średnia	20,88	%(v/v)
Błąd standardowy średniej	0,0008	%(v/v)
Odchylenie standardowe	0,01	%(v/v)
Moda	20,88	%(v/v)
Minimum	20,85	%(v/v)
Maksimum	20,91	%(v/v)
Mediana	20,88	%(v/v)
Skośność	0,52	-
Kurtoza	0,69	-
Pierwszy kwartyl Q1	20,87	%(v/v)
Trzeci kwartyl Q3	20,89	%(v/v)
Współczynnik zmienności	0,05	%

Po wykluczeniu wartości odstających dla rozkładu z dnia 15.01.2020r. uzyskano wartość średnią pomiaru $\bar{x}_{O_2} = 20,88\%(v/v)$, niższą od wartości referencyjnej wzorca $x_{wz} = 21,2\%(v/v)$ O_2 . Wykazana różnica wynosi $\Delta_{O_2} = \bar{x}_{O_2} - x_{wz} = 0,32\%(v/v)$ i sugeruje występowanie błędu systematycznego. Moda jest równa 20,88 $\%(v/v)$ i odpowiada wyliczonej wartości średniej \bar{x}_{O_2} . Wartość skośności $SK = 0,52 > 0$ i kurtozy $KU = 0,69$ świadczy o występowaniu minimalnego odchylenia prawostronnego i skupieniu pomiarów blisko wartości średniej, nie świadczy natomiast o znaczących odstępstwach od rozkładu normalnego. Rozkład empiryczny serii pomiarowej analitu oraz przedziały ufności dla wartości średniej \bar{x}_{O_2} i mediany Me przedstawiono na rys.1.



Rys.1 Histogram rozkładu empirycznego $n = 179$ pomiarów etalonu $x_{wz} = 21,200 \pm 0,212\%(v/v)$ wraz z przedziałem ufności¹² dla średniej ($1 - \alpha = 0,95$). Źródło – badania własne.

Przeprowadzony graficzny test normalności rozkładu empirycznego, przedstawiony na rys. 2, potwierdza zgodność z rozkładem normalnym. Rozkład punktów jest charakterystyczny dla systemów pomiarowych, wynika on z rozdzielczości przyrządu pomiarowego [11]. W konsekwencji prowadząc do rozbieżności interpretacyjnej, wartość $p^{13} - value < 0,005$ dla testu $A - D$ (Andersona - Darlinga).

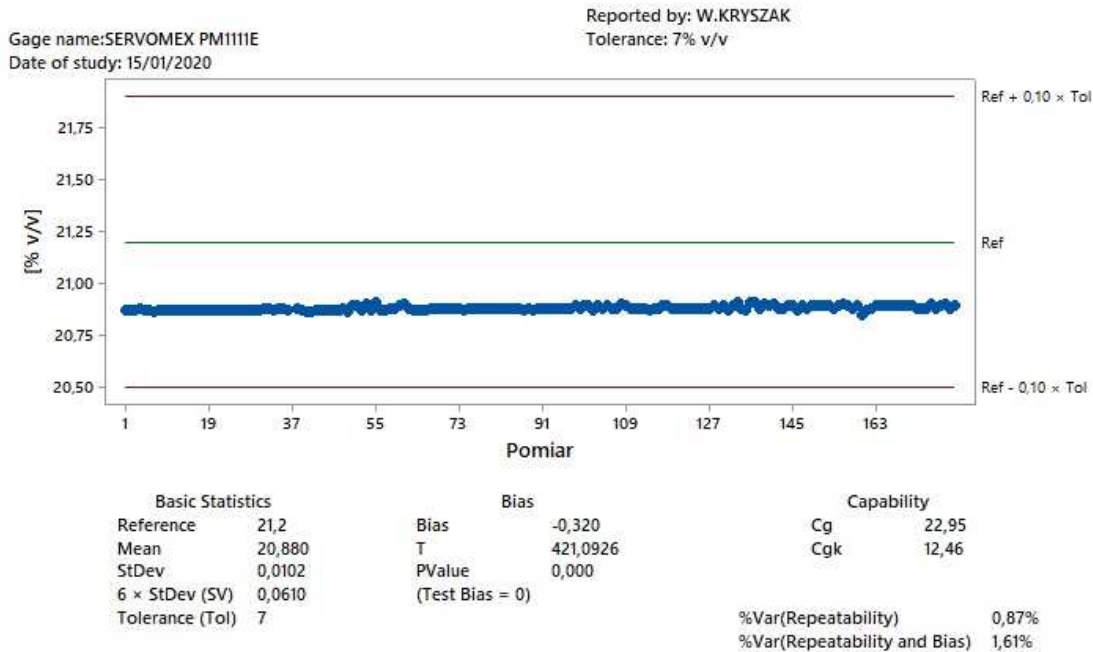


Rys. 2. Graficzny test normalności dla wyników pomiaru etalonu tlenu $x_{wz} = 21,2\%(v/v)$ z dnia 15.01.2020r. Źródło – badania własne.

PROCEDURA 1 MSA

Do wstępnej analizy zdolności i stabilności systemu pomiarowego zastosowano *procedurę pierwszą MSA* w ramach, której bazując na uzyskanej serii empirycznych danych pomiarowych względem wartości nominalnej x_{wz} , wyznaczono niepewność pomiaru, obliczono i zweryfikowano wskaźniki zdolności systemu pomiarowego C_g^{14} i C_{gk}^{15} oraz przeprowadzono identyfikację błędu systematycznego z uwzględnieniem niepewności wyznaczenia wzorca [10,12]. Na podstawie obowiązujących wymagań dla nadzorowanego procesu, wyznaczono granice tolerancji zawartości tlenu $C_{O_2} \in [18 \div 25\%(v/v)]$ w atmosferze obiektu hiperbarycznego. $DWG^{16} = 18\%(v/v)$ jest związana z ryzykiem niedotlenienia, a $GWG = 25\%(v/v)$ z materializacją zagrożenia pożarowego [6] [13]. Na rys. 3 pokazano wykres przebiegu procesu pomiarowego¹⁷ odniesiony do wartości referencyjnej analitu $x_{wz} = 21,200 \pm 0,212\%(v/v)$.

Ocenę zdolności procesu pomiarowego prowadzono w oparciu o wyznaczone wskaźniki zdolności urządzenia pomiarowego C_g i C_{gk} . Wskaźniki zdolności systemu pomiarowego pozwalają na dokonanie wstępnej oceny systemu pomiarowego pod kątem zastosowania do nadzorowania procesu ekspozycji hiperbarycznej oraz pozwolą na identyfikację potencjalnych zakłóceń deterministycznych procesu. W procesie zdolnym do wypełnienia krytycznych wymagań jakościowych CTQ wskaźniki powinny przyjmować wartości $C_g, C_{gk} > 1,33$ ¹⁸ [10]. Wskaźnik rozrzutu C_g , który wskazuje potencjalną zdolność urządzenia pomiarowego obliczono z zależności: $C_g = \frac{2 \cdot k / 100 \cdot T}{6S_g}$ gdzie: $k \in [10 \div 20]$, S_g – odchylenie standardowe wyników pomiarów, T – zakres tolerancji.



Rys. 3 Procedura 1 oceny zdolności systemu pomiarowego (MSA) względem etalonu $x_{wz} = 21,2\%(v/v)$ oraz linii kontrolnych $DWG = 20,5\%(v/v)$ oraz $GWG = 21,9\%(v/v)$ tolerancji procesu $(0,17)$ ¹⁹. Źródło – badania własne.

Wskaźnik wycentrowania C_{gk} wyrażający zdolność rzeczywistą procesu, z uwzględnieniem jego aktualnego wypośrodkowania i rozrzutu wyznaczono z zależności: $C_{gk} = \frac{k/100 \cdot T - |\bar{x} - x_{wz}|}{3S_g}$, gdzie \bar{x} – wartość średnia proces, x_{wz} – wartość referencyjna wzorca. Wskaźniki odnoszone są do granic tolerancji procesu $k = 0,1 \div 0,2T = 0,1 \div 0,2(GWG - DWG)$. Z racji ważności charakterystyki dla obliczeń przyjęto $k = 0,1$. Wyznaczone $C_g = 22,95$ i $C_{gk} = 12,46$ wskazują na spełnienie krytycznych wymagań jakościowych CTQ analizowanego procesu pomiarowego. Jego zmienność jest niewielka w odniesieniu do przyjętego pola tolerancji a wysoka wartość C_g określająca potencjalną zdolność procesu oznacza, że zmienność całkowita systemu pomiarowego mieści się aż 22,95 razy w zakresie $\pm 0,17$ pola tolerancji.

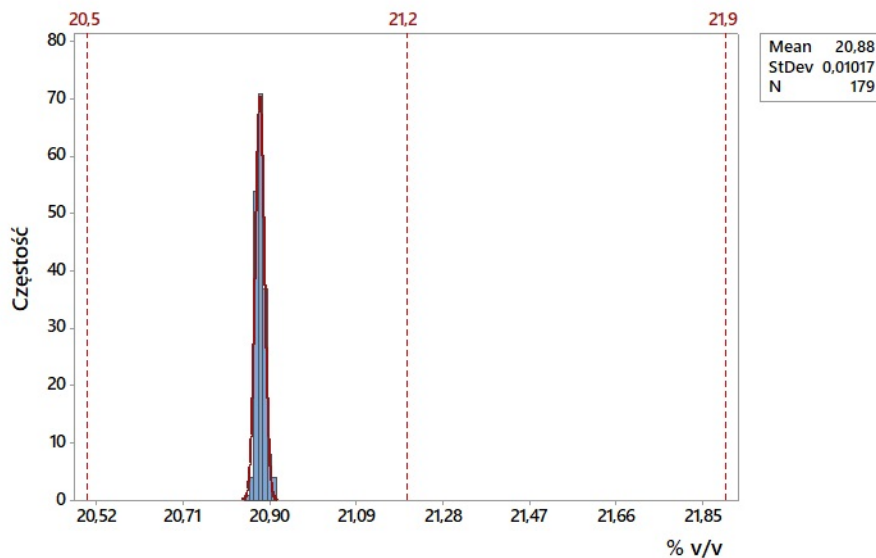
Zauważalne jest przesunięcie rozkładu względem wartości nominalnej, a różnica wartości C_g, C_{gk} wskazuje na możliwość identyfikacji zakłóceń deterministycznych, powodujących niestabilność procesu.

Obserwowana różnica między wartością średnią serii pomiarowych, a nominalną świadczy o występowaniu błędu systematycznego jako składowej poprawności systemu. Identyfikacji błędu dokonano za pomocą testu t – Studenta. Porównano wyznaczoną wartość średnią $\bar{x}_{o_2} = 20,88\%(v/v)$ z wartością referencyjną²⁰ $x_{wz o_2} = 21,2\%(v/v)$ oraz zweryfikowano hipotezę $H_0: bias = 0$ wobec alternatywnej $H_1: bias \neq 0$. Obliczona wartość statystyki testowej $t = 421,09$ jest większa od wartości krytycznej $t_{kr} = 1,96$ dla poziomu istotności $\alpha = 0,05$, p – value = 0, dlatego odrzucono hipotezę H_0 na rzecz alternatywnej H_1 przyjmując, że pomiar jest obciążony występowaniem istotnego statystycznie błędu systematycznego $bias = 0,32\%(v/v)$. W takim przypadku powinno się przeprowadzić jego kompensację poprzez wykonanie regulacji i/lub adiustacji systemu pomiarowego. Do oceny istotności błędu systematycznego należy również uwzględnić wpływ niepewności wyznaczenia wzorca. Dlatego porównano wynik $\bar{x}_{o_2} = 20,88\%(v/v)$ serii pomiarów z wartością etalonu $x_{wz} = 21,2\%(v/v)$ z uwzględnieniem odpowiednio wartości niepewności²¹: serii pomiarowej $u_{\bar{x}} = 0,002$ oraz wzorca $u_{x_{wz}} = 0,212$ (dla $k = 2$)²² i $(1 - \alpha = 0,95)$.

Obliczenia wykonano wykorzystując zależność: $|\bar{x}_{o_2} - x_{wz}| < 2 \sqrt{u_{\bar{x}}^2 + u_{x_{wz}}^2} = 0,320 > 0,207$ [12] potwierdzono tym samym, że wartość obliczonego błędu systematycznego ma istotny statystycznie wpływ na wartość mierzoną.

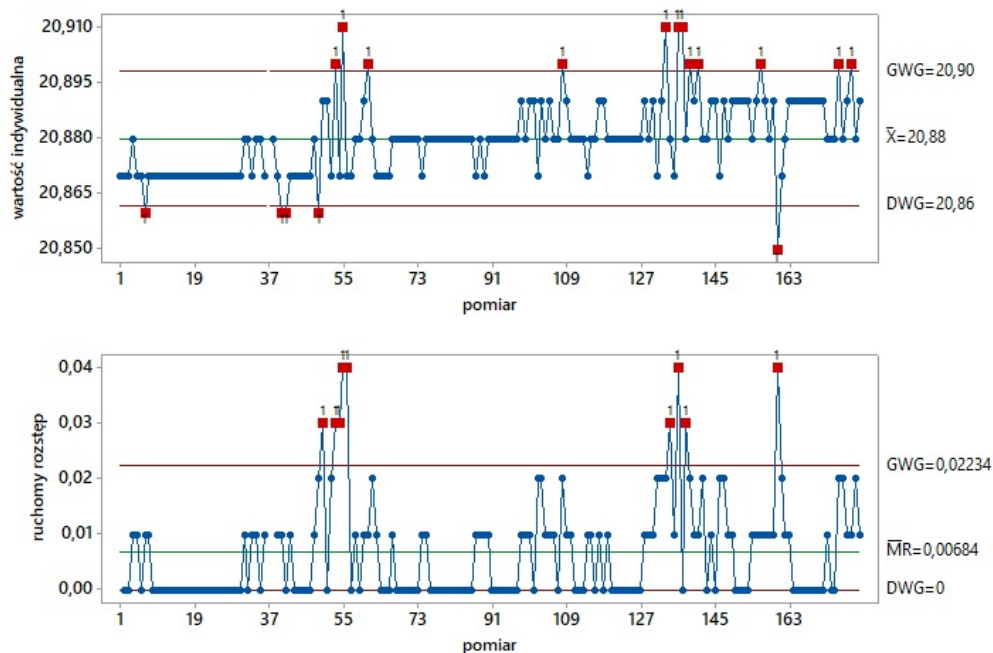
Korzystając z wartości obliczonego współczynnika C_g wyznaczono wartość zmienności pochodzącej od powtarzalności: $\%Var(Rep)$ ²³ = 0,87% rys.4 oraz wartość procentową od powtarzalności i błędu systematycznego $\%Var(Rep \text{ and Bias})$ ²⁴ = 1,61% zależną od wskaźnika C_{gk} . Obie z wyznaczonych wartości nie powinny przekraczać $> 15\%$ ²⁵. Uzyskane

wartości są mniejsze niż wartość krytyczna. Potwierdza to, że obserwowana zmienność systemu pomiarowego jest bardzo mała, co potwierdza położenie rozkładu danych pomiarowych względem wartości nominalnej z uwzględnieniem granic tolerancji T rys. 4.



Rys. 4 Zmienność systemu pomiarowego na tle $(\pm 0,1 \cdot T)$ przedziału tolerancji procesu $DWG = 20,5\%(v/v)$; $GWG = 21,9\%(v/v)$; $x_{wz} = 21,2\%(v/v)$; $\bar{x}_{O_2} = 20,88\%(v/v)$. Źródło – badania własne.

W przeprowadzonych badaniach wykonano serie pojedynczych pomiarów, a uzyskane dane przyjęły charakter ciągły, dlatego zdecydowano się na wykorzystanie opracowanej w sposób projektowy²⁶ karty kontrolnej²⁷ [10] pojedynczych obserwacji i ruchomego rozstępu $I - MR$ ²⁸ rys. 5. Ten rodzaj kart jest dość wrażliwy na przypadkowe zakłócenia, jest wykorzystywany do oceny rozrzutu i stabilności procesu [14]. Na wykresie wartości indywidualnych zaobserwowano wiele punktów obecnych poza ustalonymi liniami kontrolnymi DWG i GWG. Na karcie ruchomego rozstępu MR znajdują się dziewięć takich punktów. Występujące trendy wskazują na trwałe przesunięcie położenia procesu odnośnie linii centralnej (\bar{x} odpowiada położeniu LC). Powyższe fakty sygnalizują rozregulowanie i niewystarczającą stabilność procesu. Przekroczeniu granic kontrolnych i stałe przesunięcie względem linii centralnej determinuje potrzebę poprawy stabilności poprzez zmianę położenia rozkładu danych pomiarowych względem wartości nominalnej x_{wz} , a zatem i linii centralnej LC.



Rys. 5 Karta kontrolna $I - MR$ do nadzorowania stabilności systemu pomiarowego. Źródło: badania własne.

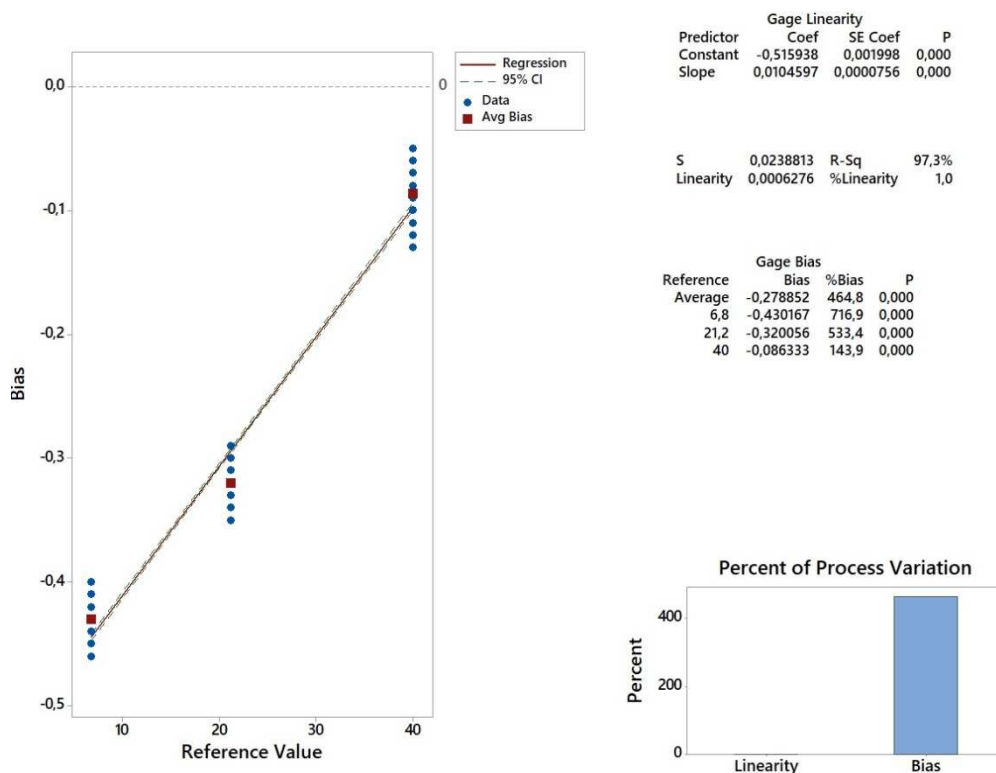
OCENA LINIOWOŚCI

Weryfikację liniowości oraz oszacowania średniego błędu systematycznego, w określonym zakresie zmienności²⁹ procesu, przeprowadzono weryfikując rozkład danych względem materiału odniesienia dla serii pomiarowych $n = 180$ i wzorców: $x_{wz1} = 6,8\%(v/v)$, $x_{wz2} = 21,2\%(v/v)$, $x_{wz3} = 40\%(v/v)$. Porównano wartości średnich \bar{x}_{O_2} poszczególnych serii pomiarowych z wartościami odniesienia $x_{wz1.3}$ etalonów. Analizę liniowości systemu pomiarowego oraz oszacowanie błędu systematycznego przedstawiono na rys. 6.

Błąd systematyczny, w badanym zakresie stężeń mierzonych wartości etalonów przyjmują wartości od $-0,43$ do $-0,09\%(v/v)$, natomiast średni błąd $bias = -0,27\%(v/v)$.

Dla zakresu (od 18% do 25%) najbardziej istotnego z punktu widzenia procesowego, zidentyfikowano względnie dużą wartość błędu systematycznego $bias = -0,32\%(v/v)$. Wyznaczona średnia wartość błędu systematycznego wskazuje na istotne odchylenie średniej referencyjnej, które stanowi 464,8% całkowitej zmienności procesu. Tak duży udział błędu nie jest akceptowalny i wymaga kompensacji. Procent liniowości³⁰ systemu pomiarowego wskazuje, że wpływ liniowości systemu pomiarowego stanowi 1% ($a = 0,010 \cdot 100\% = 1\%$) całkowitej zmienności procesu.

Wykonana analiza pomimo wykazania istotniej statystycznie liniowości, potwierdziła też wcześniejsze założenia odnośnie występującego istotnego wpływu stałego i zmiennego (średniego) błędu systematycznego na wartość pomiaru analizowanego systemu pomiarowego. System może być uznany za zdolny tylko po przeprowadzeniu ponownej kalibracji i dokonaniu kompensacji błędu systematycznego.



Rys. 6 Analiza liniowości oraz błędu systematycznego systemu pomiarowego na podstawie serii pomiarowych etalonów tlenu: $x_{wz1} = 6,8\%(v/v)$, $x_{wz2} = 21,2\%(v/v)$, $x_{wz3} = 40\%(v/v)$ z dnia 15.01.2020 r. Źródło – badanie własne.

OCENA POWTARZALNOŚCI

Po dokonaniu oceny systemu pomiarowego pod względem poprawności polegającej na weryfikacji występowania błędu systematycznego oraz zbadaniu liniowości oszacowano zmienność systemu pomiarowego $\%GRR$ ³¹ oraz wyznaczono jego precyzję bez udziału odtwarzalności w tym celu dokonano oceny powtarzalności wykorzystując jednoczynnikową analizę wariancji ANOVA typu *crossed*. Kwalifikację systemu pomiarowego przeprowadzono względem przyjętych granic specyfikacji. Analizę³² powtarzalności systemu pomiarowego wykonano w odniesieniu do wartości referencyjnych³³ dla przyjętego zakresu specyfikacji nadzorowanego przez system pomiarowy procesu ($T = 7\%v/v$).

Zmienność całkowita jest sumą: $TV^{34} = PV^{35} + GRR = 100,831$, gdzie: PV – zmienność procesu; GRR – zmienność pochodząca od systemu pomiarowego. Ze względu na wykorzystanie systemu zautomatyzowanego nie rozpatrywano hipotezy H_0 – nie występuje różnica pomiędzy operatorami (w badanym systemie wpływ operatora na wynik nie istnieje). Przyjęto zatem hipotezę: H_0 – nie istnieje różnica pomiędzy częściami³⁶, względem alternatywnej: H_1 – na tle zmienności analizowanego systemu pomiarowego widoczna jest zmienność procesu. Na rys. 7 ukazano wyniki jednoczynnikowej analizy wariancji ANOVA.

One-Way ANOVA Table

Source	DF	SS	MS	F	P
part	2	101669	50834,3	531147286	0,000
Repeatability	537	0	0,0		
Total	539	101669			

α to remove interaction term = 0,05

Gage R&R

Source	VarComp	%Contribution (of VarComp)
Total Gage R&R	0,000	0,00
Repeatability	0,000	0,00
Part-To-Part	282,413	100,00
Total Variation	282,413	100,00

Process tolerance = 0,7

Source	StdDev (SD)	Study Var (6 * SD)	%Study Var (%SV)	%Tolerance (SV/Toler)
Total Gage R&R	0,0098	0,059	0,06	8,39
Repeatability	0,0098	0,059	0,06	8,39
Part-To-Part	16,8051	100,831	100,00	14404,41
Total Variation	16,8051	100,831	100,00	14404,41

Number of Distinct Categories = 2422

Rys. 7 Wyniki analizy wariancji ANOVA zmienności procesu pomiarowego na tle przedziału tolerancji $T = 7\%(v/v)$ nadzorowanego procesu dla $n = 180$ pomiarów i 3 części bez udziału operatora. Źródło – badania własne.

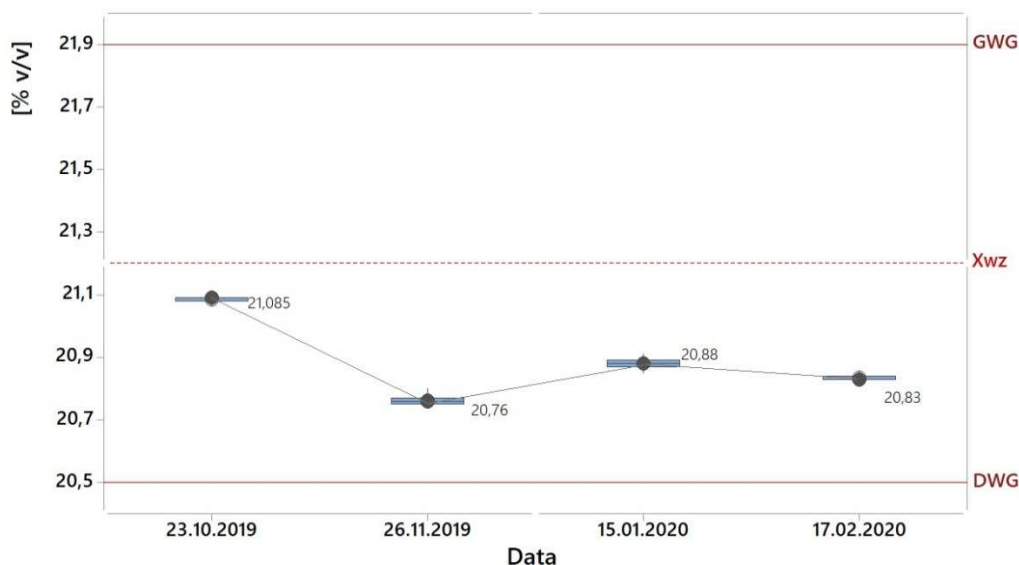
Dla przyjętego poziomu istotności $\alpha = 0,05$ analiza wskazuje, iż w związku z otrzymaną wartością p – $value = 0 < 0,05$ badaną hipotezę H_0 powinno się odrzucić i przyjąć hipotezę alternatywną – na tle zmienności analizowanego systemu pomiarowego widoczna jest zmienność procesu w określonym zakresie specyfikacji (tzn. istnieje istotna różnica pomiędzy częściami). Wynika z tego, że ze względu na powtarzalność za pomocą systemu pomiarowego możliwa jest identyfikacja zmienności nadzorowanego procesu. Uwzględnienie procentowego udziału poszczególnych zmienności do zmienności całkowitej³⁷ z otrzymanej tabeli ANOVA rys. 7 wykazała, iż całkowity udział obserwowanej zmienności pochodzi od występujących różnic pomiędzy częściami³⁸, a nie od systemu pomiarowego. Źródłem wyznaczonej zmienności badanego systemu pomiarowego $GRR = 0,059$ jest wyłącznie składowa powtarzalności.

Zmienność systemu pomiarowego GRR przyrównana do zmienności całkowitej $TV = 100,831$ spełnia warunek adekwatności dla systemu pomiarowego zdatnego bez ograniczeń do nadzorowania procesu $\frac{GRR}{TV}$, przedstawiony poniżej obliczony $\%SV(\%GRR)$ jest równy: $\%SV(\%GRR) = \frac{GRR}{TV} \cdot 100\% = \frac{0,059}{100,831} \cdot 100\% = 0,059\% < 10\%$. Wynika z tego, iż system ze względu na jego powtarzalność jest zdatny bez ograniczeń do nadzorowania realizowanego procesu. System pomiarowy spełnia także kryterium do nadzorowania produktu: $\%SV(\%GRR) = \frac{GRR}{T} \cdot 100\% = 0,84\% < 10\%$. W wykonanej analizie przeprowadzono również ocenę rozróżnialności systemu pomiarowego, postrzeganej, jako liczbę rozróżnialnych kategorii $NDC^{39} = \sqrt{2 \cdot \left[\left(\frac{100}{\%GRR} \right)^2 - 1 \right]} \approx 2422 \gg 14$. System pomiarowy spełnia warunek adekwatności⁴⁰. System ze względu na kryterium powtarzalności jest zdatny bez ograniczeń do nadzorowania omawianego procesu ekspozycji hiperbarycznej.

Precyzję systemu pomiarowego można wyrazić w postaci współczynnika zmienności CV , który umożliwia względne porównanie poszczególnych technik np. instrumentalnych, stosowanych do analizy tego samego czynnika (zawartości tlenu w powietrzu oddechowym). Wartość CV^{41} jest wyznaczana na podstawie względnego odchylenia standardowego RSD^{42} otrzymanego z zależności [12]: $RSD = \frac{s}{\bar{x}} = 0,0000478$. Dla wyznaczonego odchylenia wartość współczynnika zmienności przyjmuje wartość $CV = RSD \cdot 100\% = 0,048\%$ i świadczy o małym zróżnicowaniu pomiarów, co wskazuje na wysoką precyzję systemu pomiarowego.

OCENA STABILNOŚCI W CZASIE

Ocenę stabilności systemu rys. 8 do utrzymywania stałych w czasie charakterystyk metrologicznych przeprowadzono na podstawie okresowych pomiarów wartości referencyjnej. Stabilność systemu pomiarowego stanowi różnicę między wartością średnią wyników identycznych serii pomiarowych \bar{x}_{O_2} do wartości nominalnej etalonu x_{wz} . Pomiarów dokonano w określonych odstępach czasu. System uzyska wyższy stopień stabilności im mniejsze będą zidentyfikowane w czasie różnice $\Delta x_{wz} = \Delta x_{wz} - \bar{x}_{O_2}$. Badania systemu prowadzono wykonując okresowo pomiar etalonu $x_{wz} = 21,2 \pm 0,212\%(v/v)$.



Rys. 8 Stabilność w czasie $\bar{x} \pm \Delta x(1 - \alpha = 0,95)$ dla pomiarów etalonu tlenu $x_{wz} = 21,2 \pm 0,212\% \left(\frac{v}{v}\right)$. Źródło – badanie własne.

Zadeklarowana w okresie 1 miesiąca minimalna stabilność sensora wynosi $\Delta = 0,2\%(v/v)^{43}$. Dla potrzeb nadzorowanego procesu, za wartości graniczne przyjęto $x_{wz} \pm 0,7\%(v/v)$ co odpowiada 0,1T. W trakcie przeprowadzonych badań nie stwierdzono przekroczenia granic specyfikacji, rys. 9. System spełnił wymagania określone przez producenta, mimo to widoczna jest zmienność wartości mierzonej. Zgodnie z przedstawionym rozkładem największa różnica pomiędzy średnimi wartościami serii obserwowanych pomiarów wyniosła: $\Delta_{\bar{x}} = \bar{x}_1 - \bar{x}_2 = 21,085 - 20,760 = 0,325\%(v/v)^{44}$.

WNIOSKI

Zidentyfikowana różnica, pomiędzy wartością średnią, a nominalną, oddziałuje w sposób istotny na ocenę i prowadzone wnioskowanie w zakresie kontrolowanego procesu. Obecnej zdolności systemu pomiarowego nie można zaakceptować do wykonywania pomiarów w odpowiedzialnych systemach hiperbarycznych. Mimo braku kwalifikacji systemu, wyniki badań potwierdziły wiele jego zalet wskazując na jego zdolność potencjalną. Pomimo nie wystarczającej dokładności, w niektórych przypadkach system przewyższał zdefiniowane wymagania poszczególnych składowych poprawności i precyzji⁴⁵. Na korzyść systemu przemawia bardzo wysoki poziom precyzji pomiaru oraz duża liczba rozróżnialnych kategorii. Korekcja poprawności⁴⁶ umożliwi kwalifikacji systemu do nadzorowania procesu ekspozycji hiperbarycznej z użyciem powietrza oddechowego. Opracowane wyniki badań dowodzą możliwości wykorzystania sensora analizowanego systemu również do innych celów np. do monitorowania składu atmosfery lub stałej weryfikacji deklarowanych parametrów eksploatacyjnych systemów uzdatniania powietrza oddechowego w innych obiektach hiperbarycznych oraz systemach wskaźnikowych itp. Zalety systemu umożliwiają w perspektywie jego wykorzystanie w nowo tworzonych lub modernizowanych systemach kontroli atmosfery obiektów hiperbarycznych⁴⁷.

W kwalifikacji systemów ze względów bezpieczeństwa ekspozycji hiperbarycznych kluczowe znaczenie odgrywa weryfikacja metrologicznych cech jakościowych eksploatowanych systemów. Determinuje to konieczność stosowania, w badaniach eksploatacyjnych, do pomiarów jedynie zakwalifikowanych, wiarygodnych i użytecznych systemów analitycznych o potwierdzonej skuteczności. Biorąc pod uwagę uzyskane wyniki badań należy wdrażanie nowych systemów poprzedzać realizacją badań weryfikacyjnych⁴⁸ systemów pomiarowych, pod kątem deklarowanych parametrów metrologicznych. Dynamicznie rozwijająca się technika systemów analitycznych pozwala na przypuszczenie, że niebawem będzie możliwe zastosowanie bardziej dokładnych, stabilnych, odpornych i mniej kosztownych systemów pomiarowych. Ponieważ wiadomo, iż oprócz wiarygodności systemów pomiarowych przy budowie nowych obiektów hiperbarycznych ich dobór uzależniony jest również uwarunkowaniami ekonomicznymi związanymi z ich pozyskaniem oraz kosztem wynikającym z cyklu życia produktu.

LITERATURA

1. NO-07-A005:2020. Nurkowanie w celach militarnych. Czynniki oddechowe Klasyfikacja, wymagania i badania. Warszawa : WCNJK.
2. NO-52-A201:2012. Nurkowanie w celach militarnych Przynrządy pomiarowe Klasyfikacja i wymagania. Warszawa : WCNJK.
3. Obwieszczenie Ministra Obrony Narodowej z dnia 4 października 2018 r. w sprawie ogłoszenia jednolitego tekstu rozporządzenia Ministra Obrony Narodowej w sprawie warunków bezpieczeństwa wykonywania prac podwodnych w jednostkach organizacyjnych podległych I.
4. ADivP-04 (A)(1)(2013) Diving Gas Quality (STANAG 1458). Brussels: Nato Standardization Office.
5. SS521-AG-PRO-010 US. Navy Diving Manual. 2011.
6. Woźniak A. Evaluation of the impact of air breathing pollution or the safety performance of hyperbaric exposure. Zeszyty Naukowe AMW. 2016, ISSN 860-899X, strony 101-111.
7. R. Klos. Możliwości doboru dekompresji dla aparatu nurkowego typu Amphora. Gdynia : Polskie Towarzystwo Medycyny i Techniki Hiperbarycznej, 2012. ISBN 978-83-924989-8-8.
8. ADivP-02(C)/ STANAG 1432:2020. Allied Guide to Diving Medical Disorders. Bruksela : NSO, 2020.
9. PN-EN ISO 10012:2004 Wymagania dotyczące procesów pomiarowych i wyposażenia pomiarowego.
10. Sałaciński T. SPC statystyczne sterowanie procesami produkcji. Warszawa : Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, 2016. ISBN 978-83-7207-42-1.
11. Woźniak A. Kwalifikacja systemu pomiarowego ditlenku węgla do nadzorowania i doskonalenia procesu otrzymywania powietrza oddechowego przeznaczzonego na tlenowe warunki hiperbaryczne. Polish Hyperbaric Research. 4, 2019, Tom 69, ISSN: 1734-7009, strony 7-32.
12. Namieśnik J., Konieczka P., Zygmunt B., Bulska E. Ocena i kontrola jakości wyników pomiarów analitycznych. Warszawa : WNT, 2017. ISBN 978-83-01-19444-4.
13. Krzyżak J. Medycyna dla nurków. Poznań : KOOP-graf, 1998. ISBN 83-909187-06.
14. PN-ISO 8258 +AC1:1993 Karty kontrolne Shewharta.
15. ATP-57(B) (2009) The Submarine Search And Rescue Manual.
16. DNVGL-OS-E402 Diving Systems. 2017.
17. NO-07-A010:2011. Nurkowanie w celach militarnych Nurkowanie z wykorzystaniem nitroksu Wymagania.
18. Jakus R., Klos B. Zdolność procesu pomiarowego. Polish Hyperbaric Research. 2, 2007, Tom 19, ISSN-1734-7009.

dr inż. Arkadiusz Woźniak
 Katedra Technologii Prac Podwodnych
 Akademii Marynarki Wojennej
 ul. Śmidowicza 69
 81-103 Gdynia
 tel.261262746
 ar.wozniak@amw.gdynia.pl

- ¹⁾ odpowiednio zorganizowany zestaw elementów stanowiący całość organizacyjną i objęty wspólnym sterowaniem, przeznaczony do wydobycia informacji pomiarowej z obiektu badanego i przekazania jej obserwatorowi w użytecznej formie,
- ²⁾ ang. Measurement System Analysis - Measurement System Analysis jest metodą analizy zdolności i stabilności narzędzi i systemów pomiarowych stosowanych w inżynierii jakości,
- ³⁾ Katedra Technologii Prac Podwodnych AMW,
- ⁴⁾ doświadczalny głębokowodny system hiperbaryczny,
- ⁵⁾ ang. North Atlantic Treaty Organization,
- ⁶⁾ zdolność ta oznacza nie tylko poprawność funkcjonalną, ale przede wszystkim spełnianie przez system pomiarowy jego deklarowanych cech jakościowych: rozdzielczość, niepewność dokładność, powtarzalność, odtwarzalność, i stabilność w czasie,
- ⁷⁾ procesy pomiarowe muszą być metrologicznie potwierdzone,
- ⁸⁾ ten powinien być uregulowany, tj. stabilny, wycentrowany i pod kontrolą, jeśli spełnione zostaną krytyczne wymagania jakościowe CTQ wynikające z NO-07-A005:2010,
- ⁹⁾ wzorzec roboczy – wzorzec pomiarowy, który używany jest stale do wzorcowania (kalibracji) lub weryfikacji (sprawdzenia) przyrządów pomiarowych lub układów pomiarowych. Wzorce pomiarowe robocze powinny być poddawane kontroli metrologicznej w akredytowanych Wojskowych Laboratoriach Metrologicznych i laboratoriach wzorcujących działających w oparciu o aktualne wydanie międzynarodowej normy PN-EN IEC 17025 lub w uzasadnionych przypadkach w NMI (National Metrology Institutes – ang. Krajowe Instytuty Metrologiczne),
- ¹⁰⁾ próbka kontrolna rozprężona do warunków normobarycznych,
- ¹¹⁾ po eliminacji outlier,
- ¹²⁾ prawdopodobny przedział, w którym znajduje się średnia danego rozkładu normalnego,
- ¹³⁾ *p-value* – wartość *p* testowania hipotezy jest to najmniejsza wartość poziomu istotności α , która prowadzi do odrzucenia hipotezy zerowej H_0 ,
- ¹⁴⁾ C_g – wskaźnik rozrzutu systemu pomiarowego,
- ¹⁵⁾ C_{gk} – wskaźnik położenia systemu pomiarowego,
- ¹⁶⁾ *DWG* – dolna wartość graniczna *GWG* – górna wartość graniczna,
- ¹⁷⁾ ang. run chart,
- ¹⁸⁾ w procesach zaleca się, o ile to możliwe, aby wartość wskaźnika wynosiła $C_{gk} > 1,33$. Alternatywnie na poziomie co najmniej $C_g, C_{gk} > 1,67$,
- ¹⁹⁾ wymaganym warunkiem przydatności systemu do pomiaru cechy o tolerancji *T* jest spełnienie warunku $u \leq (0,1 \cdot T)$ [10],
- ²⁰⁾ certyfikowanego materiału odniesienia,
- ²¹⁾ do obliczeń niepewność wartości odniesienia jest równa rozszerzonej niepewności podzielonej przez współczynnik rozszerzenia $\frac{U}{k} = \frac{0,212}{2} = 0,106\%(v/v)$,
- ²²⁾ z atestu wzorca nr 1495569 z dnia 27.09.2017 roku wydane przez Linde gaz Polska,
- ²³⁾ ang. %Var(Repeatability),
- ²⁴⁾ ang. %Var(Repeatability and Bias),
- ²⁵⁾ %Var(Rep), %Var(Rep and Bias) = 15% odpowiada wartości współczynników zdolności dla systemu pomiarowego $C_g, C_{gk} = 1,33$,
- ²⁶⁾ zadana wartość docelowa procesu oraz znane odchylenie standardowe,
- ²⁷⁾ kartę można opracować metodą projektową lub stabilizacyjną, na podstawie serii co najmniej $n > 30$ pomiarów przed obliczeniem i wykreśleniem granic kontrolnych oraz linii centralnej. Po eliminacji przyczyn deterministycznych sygnałów rozregulowania i stabilizacji procesu należy dokonać ponownej rekalkulacji granic kontrolnych,
- ²⁸⁾ ang. Individual Value – Moving Range,
- ²⁹⁾ przeważnie zakres stężeń do analizy liniowości obejmuje wartości od 50 do 150% wartości oczekiwanej wyników analizy, ze względów ekonomicznych zdecydowano się na wykorzystanie dostępnych wzorców nieznacznie przekraczających te wartości,
- ³⁰⁾ %Linearity = 1,0%,
- ³¹⁾ ang. Gauge Repeatability and Reproducibility,
- ³²⁾ spełniono warunek normalności rozkładu, równości wariancji, równoliczności i randomizacji danych,
- ³³⁾ pokrywające zakres zmienności nadzorowanego procesu,
- ³⁴⁾ ang. Total Variation,
- ³⁵⁾ ang. process variation,

³⁶⁾ spodziewany wynik nie zależy od części (na tle zmienności od urządzenia nie widać zmienności procesu),

³⁷⁾ ang. Total gage R&R,

³⁸⁾ ang. part to part,

³⁹⁾ ang. number of distinct categories,

⁴⁰⁾ $ndc \geq 14$ system zgodny, $ndc = 4 - 13$ zgodny warunkowo, $ndc \leq 3$ niezgodny,

⁴¹⁾ ang. Coefficient of Variation,

⁴²⁾ ang. Relative Standard Deviation,

⁴³⁾ w związku z powyższym, oczekiwano zmian w granicach $\Delta x_{wz} \pm 0,8\% \left(\frac{v}{v}\right)$,

⁴⁴⁾ pomiędzy próbami z dnia 23.10 oraz 26.11.2019 roku,

⁴⁵⁾ za wyjątkiem odtwarzalności ze względu na system automatyczny bez udziału operatora,

⁴⁶⁾ wycentrowania po adiustacji,

⁴⁷⁾ o ile okaże się to zasadne z punktu widzenia ekonomicznego,

⁴⁸⁾ np. walidacji systemu w ramach badań laboratoryjnych i eksploatacyjnych pojedynczych egzemplarzy urządzeń w wyspecjalizowanym laboratorium,

⁴⁹⁾ jak np. sensory optyczne, ultradźwiękowe itp.