



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۷۰۷-۶

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO
19707-6
1st.Edition
2015

درستی (صحت و دقت) روش‌ها و نتایج

اندازه‌گیری - قسمت ۶:

کاربرد عملی مقادیر درستی

Accuracy (trueness and precision) of
measurement methods and results -

Part 6:

Use in practice of accuracy values

ICS: 03.120.30

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادات در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آنها اعطا و بر عملکرد آنها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«درستی (صحت و دقت) روش‌ها و نتایج اندازه‌گیری - قسمت ۶: کاربرد عملی مقادیر درستی»

رئیس:

فلاسی مود، فرحناز
(فوق لیسانس علوم تغذیه)

سمت و / یا نمایندگی

معاون استاندارد سازی و آموزش اداره کل استاندارد خراسان رضوی

دبیر:

کعبی، مریم
(لیسانس فیزیک)

مدیر آزمایشگاه کالیبراسیون پایش ابزار برتر

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسماعیلی شاندیز، احمد
(لیسانس کشاورزی)

کارشناس استاندارد

تبریزی، سودابه
(فوق لیسانس مدیریت صنعتی)

مدیر عامل شرکت پویندگان دنیای کیفیت

زارع زاده، مجید
(فوق لیسانس فیزیک)

معاون پشتیبانی و نیروی انسانی اداره کل استاندارد هرمزگان

سپهری، زهرا
(لیسانس شیمی کاربردی)

سازمان صنعت و معدن و تجارت

صرافان، سپیده
(فوق لیسانس مهندسی صنایع)

ریاست هیأت مدیره پویندگان دنیای کیفیت

کلالی، فرخ السادات
(لیسانس شیمی)

عضو هیأت مدیره کاوشگران بهره وری توس

محمدی لیواری، احد
(فوق لیسانس فیزیک)

معاون مرکز اندازه‌شناسی استاندارد ملی ایران

مدیربان ، مسعود
(لیسانس مهندسی متالوژی)

معیار سازه برتر

ملک زاده آراسته، احمد
(مهندسی مکانیک)

رئیس اداره تایید صلاحیت استاندارد خراسان رضوی

مهدی زاده صفار، حمید
(فوق لیسانس فیزیک)

سازمان انرژی اتمی

مهدی زاده صفار، سعید
(لیسانس مهندسی شیمی)

مدیر عامل شرکت پایش ابزار برتر

ناصری مود، علی رضا
(فوق لیسانس مهندسی برق)

رئیس هیأت مدیره آرکا گستر قرون

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
ز	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ تعیین حدها
۵	۵ روش‌هایی برای قابل قبول قبول بودن نتایج آزمون و نتایج بیان شده نهایی
۲۰	۶ روش‌های بررسی پایداری نتایج آزمون در آزمایشگاه
۳۸	۷ استفاده از انحراف معیار تجدیدپذیری و تکرار پذیری در آزمایشگاه‌های ارزیاب
۵۲	۸ مقایسه روش‌های اندازه‌گیری جایگزین
۶۵	۹ پیوست الف (الزامی)

پیش گفتار

استاندارد "درستی(صحت و دقت) روش ها و نتایج اندازه گیری - قسمت ۶ : کاربرد عملی مقادیر درستی" که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده است و در دویست و چهل و هشتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد اندازه‌شناسی، اوزان و مقیاس‌ها مورخ ۹۳/۱۲/۱۰ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

منبع و ماخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است :

ISO 5725-6 : 1994, cor.1:2001(E),Accuracy(trueness and precision) of measurement methods and results -Part 6:Use in practice of accuracy values

مقدمه

در این سری استانداردهای ملی ایران از دو واژه "صحت" و "دقت" برای بیان درستی اندازه‌گیری استفاده می‌شود "صحت" به معنی نزدیکی توافق بین مقدار میانگین تعداد زیادی از نتایج آزمون و مقدار واقعی یا مقدار مرجع پذیرفته شده می‌باشد. "دقت" به معنی نزدیکی توافق بین نتایج آزمون می‌باشد. نیاز به بررسی "دقت" به این دلیل بروز می‌کند که آزمون‌های انجام شده بر مواد احتمالاً یکسان در شرایط محیطی احتمالاً یکسان عموماً نتایج یکسانی به دست نمی‌دهند. این مورد به خطاهای تصادفی اجتناب ناپذیر در هر روش اجرایی اندازه‌گیر برمی‌گردد؛ عواملی که بر نتایج یک اندازه‌گیری موثرند نمی‌توانند به طور کامل کنترل شوند. این تغییرپذیری باید در تفسیر عملی داده‌های اندازه‌گیری به حساب آید. برای مثال، اختلاف بین یک نتیجه آزمون و مقدار معینی ممکن است در دامنه خطاهای تصادفی اجتناب ناپذیر باشد، در چنین موردی یک انحراف واقعی از چنین مقدار معینی در نظر گرفته نشده است. به طور مشابه، مقایسه نتایج آزمون دو دسته از ماده اگر اختلاف بین آن‌ها به تغییر پذیری ذاتی در روش اجرایی اندازه‌شناسی نسبت داده شود، اختلاف کیفیتی اساسی نشان نخواهد داد.

درستی (صحت و دقت) روش‌ها و نتایج اندازه‌گیری - قسمت ۶: کاربرد عملی مقادیر درستی

۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، ارائه تعدادی از نشانه‌های روشی است که بتوان داده‌های درستی را در شرایط عملی متغییر مورد استفاده قرار داد. به وسیله:

۱-۱-۱ ارائه یک روش استاندارد برای محاسبه حد تکرار پذیری، حد تجدیدپذیری و سایر حدهای است که در بررسی نتایج آزمون به دست آمده از روش اندازه‌گیری استاندارد، استفاده می‌شود.

۲-۱-۱ فراهم کردن راهی برای بررسی میزان قابل قبول بودن نتایج آزمون به دست آمده تحت شرایط تجدید پذیری و تکرار پذیری

۳-۱-۱ شرح چگونگی ارزیابی پایداری نتایج در یک آزمایشگاه در طول دوره زمانی و در نتیجه فراهم کردن روش کنترل کیفیت عملکردهای آن آزمایشگاه

۴-۱-۱ شرح چگونگی ارزیابی توانایی یک آزمایشگاه در استفاده از یک روش اندازه‌گیری استاندارد داده شده به صورت مطلوب

۵-۱-۱ شرح چگونگی مقایسه روش‌های اندازه‌گیری جایگزین

۲-۱ این استاندارد مربوط به روش‌های اندازه‌گیری است که اندازه‌گیری روی یک مقیاس پیوسته را نتیجه می‌دهد و به عنوان نتیجه یک شکل عددی تک مقدار به دست می‌دهد اگر چه این شکل تک مقدار ممکن است حاصل محاسبه مجموعه از مشاهدات باشد.

۳-۱ چنین فرض می‌شود که تخمین‌های صحت و دقت روش مطابق بخش‌های قبلی این استاندارد به دست آمده‌اند.

۴-۱ هرگونه اطلاعات اضافی در زمینه دامنه کاربرد در آغاز هر کاربرد خاص ارائه خواهد شد.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود.

در صورتی که به نشانه‌ای با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

- ۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۴۷۲۳، واژه نامه اندازه‌شناسی مفاهیم پایه و عمومی و اصطلاحات مربوط
- ۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۷۴۴۲، درستی (صحت و دقت) روش‌ها و نتایج اندازه‌گیری - قسمت اول: تعاریف و اصول کلی
- ۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۳-۷۴۴۲، درستی (صحت و دقت) روش‌ها و نتایج اندازه‌گیری - قسمت سوم: اندازه‌های میانی دقت یک روش اندازه‌گیری استاندارد

2-4 ISO 6352:1985, Ferronickel—Determination of nickel content—Dimethyloxime gravimetric method

2-5 ISO 7870-2:2013, Control charts—part 2: shewhart control charts

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف مندرج در استاندارد ملی ایران شماره ۴۷۲۳ و استاندارد ملی ایران ۱-۷۴۴۲ کاربرد دارد.

نمادهای استفاده شده در این استاندارد در پیوست الزامی الف آمده است.

۴ تعیین حدها

۱-۴ حدهای تکرارپذیری و تجدید پذیری

۱-۱-۴ در استاندارد ملی ایران به شماره ۲-۷۴۴۲ بر روی تخمین انحراف معیار مربوط به عملیات، تحت شرایط تکرار پذیری و تجدید پذیری تمرکز می‌شود. به هر حال، اصول آزمایشگاهی متعارف نیازمند آزمون بر پایه تفاوت- (های) مشاهده شده بین دو (یا چند) نتیجه آزمون می‌باشد و به این منظور تعدادی اندازه‌های وابسته به یک اختلاف بحرانی بیش از یک انحراف معیار مورد نیاز هستند.

۲-۱-۴ هنگامی که یک کمیت بر مبنای جمع یا اختلاف n برآورد مستقل هر یک دارای انحراف معیار σ باشد آنگاه کمیت به دست آمده دارای انحراف معیار برابر $\sigma\sqrt{n}$ خواهد بود. حد تجدید پذیری (R) و حد تکرارپذیری (r) تفاوت بین دو نتیجه آزمون هستند، بنابراین انحراف معیار مربوطه برابر $\sigma\sqrt{2}$ خواهد بود. در روش‌های آماری معمول برای بررسی تفاوت بین این دو مقدار، تفاوت بحرانی مورد استفاده $f\sigma\sqrt{n}$ برابر است یعنی $f\sigma\sqrt{n}$. مقدار f (عامل گستره بحرانی) به سطح احتمال مربوط به تفاوت بحرانی و شکل زیر توزیع بستگی دارد. برای حدود تجدیدپذیری و تکرارپذیری، سطح احتمال ۹۵٪ تعیین می‌شود و بر اساس تحلیل مجموعه استاندارد ملی ایران به شماره ۷۴۴۲ فرض بر این گذاشته می‌شود که سطح زیر توزیع تقریباً نرمال است. برای یک توزیع نرمال در سطح

احتمال ۰.۹۵ مقدار f ، $۱/۹۶$ و مقدار $f\sqrt{2}$ ، $۲/۷۷$ می‌باشد. با توجه به اینکه هدف از این قسمت استاندارد ارائه یک سری قوانین سرانگشتی ساده برای بکارگیری توسط افراد نا آشنا به علم آمار، در هنگام امتحان نتایج آزمون‌ها است، استفاده از مقدارگرد شده $۲/۸$ به جای $f\sqrt{2}$ کاملاً منطقی به نظر می‌آید.

۳-۱-۴ همان‌طور که بیان شد، فرآیند تخمین دقت منجر به برآورد انحراف معیار واقعی می‌شود در حالی که انحراف معیار واقعی همچنان نامعلوم است. بنابراین در تمرین آماری بهتر است انحراف معیارها به جای σ با s نشان داده شوند. در هر صورت بر مبنای روش‌های ارائه شده در بخش‌های ۱ و ۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۴۴۲، این برآوردها بر اساس تعداد قابل ملاحظه‌ای از نتایج آزمون خواهند بود و بهترین اطلاعات را برای داشتن مقادیر واقعی انحراف معیار در اختیار ما قرار می‌دهند. در سایر موارد کاربردی که در ادامه به آن اشاره خواهد شد برای برآورد این انحراف معیارها بر پایه داده‌های محدود شده‌تر، نماد s (برآوردی از یک انحراف معیار) استفاده می‌شود. بنابراین به نظر می‌رسد بهتر است از نماد σ برای نمایش مقادیر به دست آمده از یک آزمایش بسیار دقیق استفاده شود و آن را به عنوان انحراف معیار واقعی که سایر برآوردها (s) با آن مقایسه می‌شود در نظر بگیریم.

۴-۱-۴ با توجه به بندهای ۱-۱-۴ و ۳-۱-۴ در هنگام بررسی دو نتیجه آزمون مجزا تحت شرایط تکرار پذیری و تجدیدپذیری، مقایسه باید با حد تکرارپذیری

$$r=2.8\sigma_r$$

یا حد تجدیدپذیری

$$R=2.8\sigma_R$$

انجام پذیرد.

۲-۴ مقایسه‌ها بر اساس بیش از دو مقدار

۱-۲-۴ دو گروه اندازه‌گیری در یک آزمایشگاه

اگر در یک آزمایشگاه تحت شرایط تکرارپذیری دو گروه اندازه‌گیری انجام شود، که گروه اول شامل n_1 نتیجه آزمون با میانگین حسابی \bar{y}_1 و گروه دوم شامل n_2 نتیجه آزمون با میانگین حسابی \bar{y}_2 باشد، انحراف معیار $(\bar{y}_1 - \bar{y}_2)$ به صورت رابطه زیر است:

$$\sigma = \sqrt{\sigma_r^2 \left(\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2} \right)}$$

و تفاوت بحرانی در سطح احتمال ۰.۹۵، برای $|\bar{y}_1 - \bar{y}_2|$ به صورت رابطه زیر است:

$$CD = 2.8\sigma_r \sqrt{\frac{1}{2n_1} + \frac{1}{2n_2}}$$

یاد آوری- اگر n_1 و n_2 یکی باشند، همانطور که انتظار می‌رود این مقدار به $r=2.8\sigma_r$ کاهش می‌یابد.

۲-۲-۴ دو گروه اندازه گیری در دو آزمایشگاه

اگر آزمایشگاه اول n_1 نتیجه آزمون با میانگین حسابی \bar{y}_1 و آزمایشگاه دوم n_2 نتیجه آزمون با میانگین حسابی \bar{y}_2 ارائه دهد و هر دو مورد تحت شرایط تکرار پذیری باشند در این صورت انحراف معیار $(\bar{y}_1 - \bar{y}_2)$ از رابطه زیر محاسبه می شود:

$$\begin{aligned}\sigma &= \sqrt{\sigma_L^2 + \frac{1}{n_1}\sigma_r^2 + \sigma_L^2 + \frac{1}{n_2}\sigma_r^2} \\ &= \sqrt{2\sigma_L^2 + \sigma_r^2\left(\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}\right)} \\ &= \sqrt{2(\sigma_L^2 + \sigma_r^2) - 2\sigma_r^2\left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)}\end{aligned}$$

و تفاوت بحرانی در سطح احتمال ۹۵٪، برای $|\bar{y}_1 - \bar{y}_2|$ عبارتست از:

$$CD = \sqrt{(2.8\sigma_R)^2 - (2.8\sigma_r)^2\left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)}$$

یادآوری - اگر n_1 و n_2 یکی باشند، همانطور که انتظار می رود این مقدار به $R=2.8\sigma_2$ کاهش می یابد.

۳-۲-۴ مقایسه با یک مقدار مرجع برای یک آزمایشگاه

اگر n نتیجه آزمون تحت شرایط تکرار پذیری در یک آزمایشگاه با میانگین حسابی \bar{y}_1 به دست آید آنگاه در صورت عدم وجود دانش کافی در مورد مولفه اریبی آزمایشگاه مقایسه با یک مقدار مرجع μ_0 انجام شود، انحراف معیار برای $|\bar{y} - \mu_0|$ از رابطه زیر به دست می آید:

$$\begin{aligned}\sigma &= \sqrt{\sigma_L^2 + \frac{1}{n}\sigma_r} \\ &= \frac{1}{\sqrt{2}}\sqrt{2(\sigma_L^2 + \sigma_r^2) - 2\sigma_r^2\left(1 - \frac{1}{n}\right)} \\ &= \frac{1}{\sqrt{2}}\sqrt{2(\sigma_L^2 + \sigma_r^2) - 2\sigma_r^2\left(\frac{n-1}{n}\right)}\end{aligned}$$

و تفاوت بحرانی برای $|\bar{y} - \mu_0|$ از رابطه زیر به دست می آید:

$$CD = \sqrt{(2.8\sigma_R)^2 - (2.8\sigma_r)^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)}$$

۴-۲-۴ مقایسه با مقدار مرجع برای بیش از یک آزمایشگاه

اگر P آزمایشگاه n_1 نتیجه آزمون با میانگین حسابی \bar{y}_1 (در هر مورد تحت شرایط تکرار پذیری) به دست آورند میانگین کل \bar{y} به صورت زیر محاسبه می شود:

$$\bar{y} = \frac{1}{p} \sum \bar{y}_i$$

و این میانگین کل با یک مقدار مرجع μ_0 مقایسه می شود آنگاه انحراف معیار برای $|\bar{y} - \mu_0|$ به صورت زیر است:

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{p}\sigma_L^2 + \frac{1}{p^2}\sigma_r^2 \sum \frac{1}{n_i}}$$

$$= \frac{1}{\sqrt{2p}} \sqrt{2(\sigma_L^2 + \sigma_r^2) - 2\sigma_r^2 + \frac{2\sigma_r^2}{p} \sum \frac{1}{n_i}}$$

و تفاوت بحرانی در سطح احتمال ۰.۹۵، برای $|\bar{y} - \mu_0|$ به شرح ذیل است:

$$CD = \frac{1}{\sqrt{2p}} \sqrt{(2.8\sigma_R)^2 - (2.8\sigma_r)^2 \left(1 - \frac{1}{p} \sum \frac{1}{n_i}\right)}$$

۵-۲-۴ بیان نتایج یک مقایسه

اگر تفاوت مطلق از حد مناسب تجاوز کند همان گونه که در بندهای قبل آمده است، تفاوت باید به عنوان مورد مشکوک در نظر گرفته شود و بنابراین تمام اندازه گیری های که از این تفاوت به دست آمده اند باید به عنوان مورد مشکوک در نظر گرفته شوند و تحقیقات بیشتری روی آن انجام شود.

۵ روش هایی برای بررسی قابل قبول بودن نتایج آزمون و تعیین نتایج بیان شده نهایی

۱-۵ کلیات

۱-۱-۵ روش بررسی که در این بند شرح داده می شود، تنها در صورتی که اندازه گیری مطابق با روش اندازه گیری استاندارد شده انجام شده باشد و انحراف معیار آن σ_R و σ_r شناخته شده باشند بکار برده می شود. بنابراین زمانی که گستره نتایج N آزمون از حد مناسب مطابق با آنچه در بند ۴ آمده است فراتر برود یک، دو و یا همه نتایج N آزمون غیر عادی محسوب می شود. توصیه می شود که علت نتایج غیر عادی از لحاظ فنی بررسی شود. از سوی دیگر ممکن

است لازم باشد دلایل تجاری برای به دست آوردن مقادیر قابل قبول مورد نیاز باشد در این صورت نتایج آزمون باید مطابق با شروط این بند باشند.

۲-۱-۵ این بند بر اساس این فرض که نتایج آزمون تحت شرایط تکرار پذیری و تجدید پذیری به دست آمده باشند و اینکه سطح احتمال ۹۵٪ بکار برده شود تهیه شده است. اگر شرایط میانی (به قسمت سوم این استاندارد مراجعه شود) ضروری باشد لازم است σ_r با اندازه میانی مناسب جایگزین شود.

۳-۱-۵ در مواردی که روش بیان شده در بند ۲-۵ منجر به به دست آوردن میانه به عنوان نتیجه نهایی می‌شود، بهتر است از داده‌ها چشم پوشی شود.

۲-۵ روش‌های برای بررسی میزان قابل قبول بودن نتایج آزمون‌های که تحت شرایط تکرار پذیری به دست می‌آید.

یادآوری ۳- در بندهای ۱-۲-۲-۵ و ۲-۲-۲-۵ مرجع اندازه‌گیری‌ها چه گران یا ارزان باشد باید نه تنها از نظر مالی بلکه از این نظر که اندازه‌گیری پیچیده، مشکل‌ساز یا زمان بر باشد تفسیر شود یا بررسی شود.

۱-۲-۵ نتیجه آزمون تک مقداری

در کاربردهای تجاری به دست آوردن تنها یک نتیجه آزمون معمول نیست. زمانی که تنها یک نتیجه آزمون به دست آمده باشد ایجاد یک آزمون آماری فوری قابل قبول بودن آن نتیجه آزمون با در نظر گرفتن اندازه تکرار پذیری امکان پذیر نمی‌باشد.

در صورت وجود هرگونه تردید در درست بودن نتیجه آزمون باید نتیجه آزمون دومی به دست آید. در دسترس بودن دو نتیجه آزمون منجر به فعالیت معمولی تری می‌شود که در زیر توضیح داده شده است.

۲-۲-۵ دو نتیجه آزمون

دو نتیجه آزمون باید تحت شرایط تکرارپذیری به دست آید. اختلاف مطلق بین دو نتیجه آزمون باید با حد تکرار پذیری $\sigma_r = 2.8$ مقایسه شود.

۱-۲-۲-۵ مواردی که به دست آوردن نتیجه آزمون هزینه بر نباشد

اگر اختلاف مطلق بین دو نتیجه آزمون از r بیشتر نباشد هر دو نتیجه آزمون قابل قبول در نظر گرفته می‌شود و نتیجه اعلام شده نهایی باید به عنوان میانگین حسابی دو نتیجه آزمون اعلام شود. اگر اختلاف مطلق از مقدار r بیشتر باشد، آزمایشگاه باید دو نتیجه آزمون دیگر به دست آورد.

اگر گستره $(X_{MAX}-X_{MIN})$ ، ۴ نتیجه آزمون مساوی و یا کمتر از گستره بحرانی در سطح احتمال ۹۵ درصد برای $n=4$ ، $CR_{0.95}(4)$ باشد میانگین حسابی چهار نتیجه آزمون باید به عنوان نتیجه نهایی بیان شده گزارش شود. عامل

گستره بحرانی، $f(n)$ ، برای $n=2$ تا $n=40$ و مقادیر انتخاب شده از $n=45$ تا $n=100$ در جدول یک برای محاسبه گستره بحرانی مطابق با رابطه زیر داده شده است.

$$CR_{0.95}(n) = f(n)\sigma_r$$

اگر گستره چهار نتیجه آزمون بزرگتر از گستره بحرانی برای $n=4$ باشد، میانه چهار نتیجه آزمون باید به عنوان نتیجه نهایی بیان شده گزارش شود. این روش در نمودار جریان کار داده شده در شکل یک خلاصه شده است.

۵-۲-۲-۲ مواردی که به دست آوردن نتایج آزمون پر هزینه باشد.

اگر اختلاف مطلق بین دو نتیجه آزمون از r بیشتر نباشد، هر دو نتیجه آزمون قابل قبول در نظر گرفته می‌شوند و نتیجه نهایی بیان شده باید به صورت میانگین حسابی دو نتیجه آزمون اعلام شود. اگر اختلاف مطلق از r بیشتر شود آزمایشگاه باید یک نتیجه آزمون دیگر به دست آورد.

اگر گستره $(X_{MAX}-X_{MIN})$ ۳ نتیجه آزمون مساوی و یا کمتر از گستره بحرانی در سطح احتمال ۹۵ درصد برای $n=3$ ، $CR_{0.95}(3)$ باشد میانگین حسابی سه نتیجه آزمون باید به عنوان نتیجه نهایی بیان شده گزارش شود. اگر گستره سه نتیجه آزمون بزرگتر از گستره بحرانی برای $n=3$ باشد، تصمیم‌گیری باید بر اساس یکی از دو حالت زیر باشد.

الف) مواردی که به دست آوردن نتیجه آزمون چهارم امکان پذیر نباشد
آزمایشگاه باید میانه سه نتیجه آزمون را به عنوان نتیجه نهایی بیان شده بکار گیرد.

این روش در نمودار جریان کار آمده در شکل ۲ خلاصه شده است.

ب) مواردی که به دست آوردن نتیجه آزمون چهارم امکان پذیر باشد.

آزمایشگاه باید چهارمین نتیجه آزمون را به دست آورد.

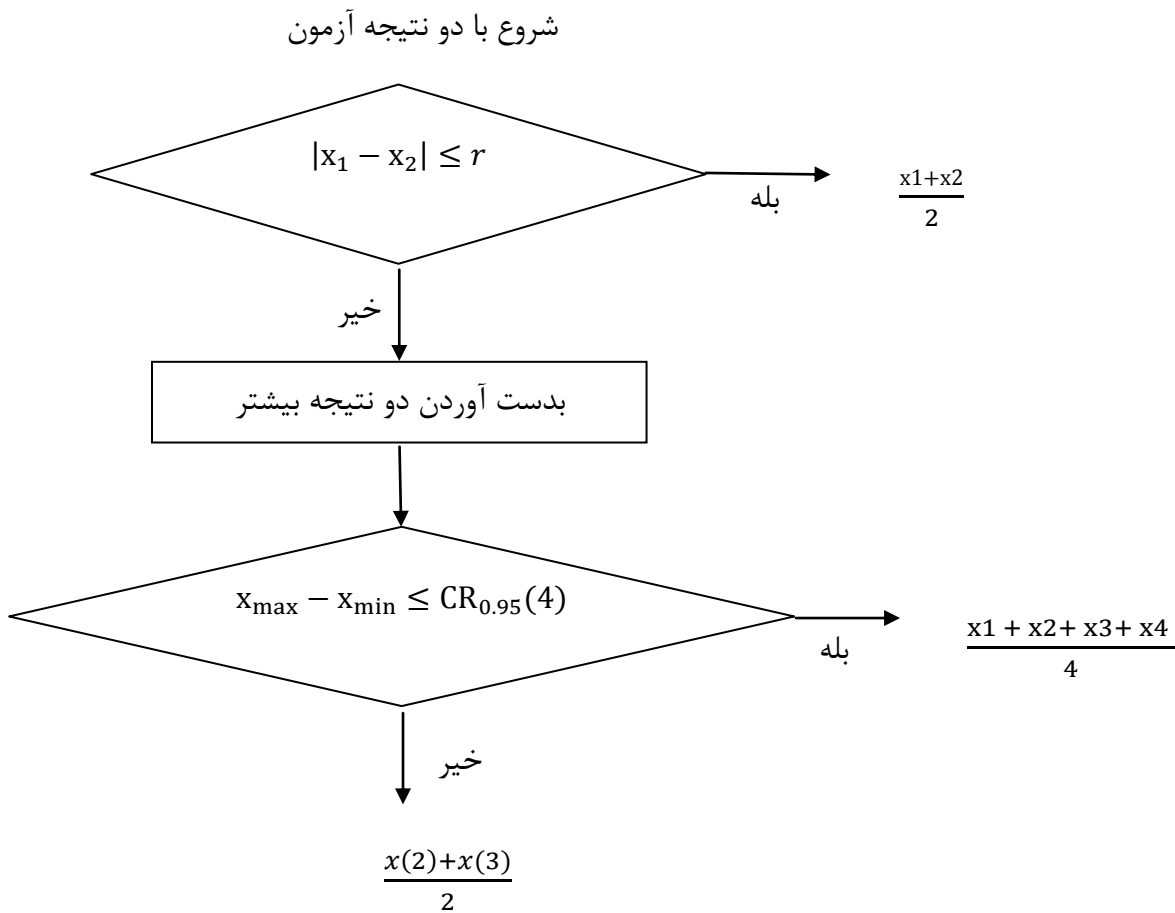
اگر گستره $(X_{MAX}-X_{MIN})$ ۴ نتیجه آزمون مساوی و یا کمتر از گستره بحرانی برای $n=4$ ، $CR_{0.95}(4)$ باشد میانگین حسابی چهار نتیجه آزمون باید به عنوان نتیجه نهایی بیان شده گزارش شود. اگر گستره چهار نتیجه آزمون بزرگتر از گستره بحرانی برای $n=4$ باشد، آزمایشگاه باید میانه چهار نتیجه آزمون را به عنوان نتیجه نهایی بیان شده بکار گیرد.

این روش در نمودار جریان کار داده شده در شکل سه گزارش شده است.

جدول یک - عوامل گستره بحرانی ، $f(n)$

$f(n)$	n	$f(n)$	n
۵.۲	۲۵	۲.۸	۲
۵.۲	۲۶	۳.۳	۳
۵.۲	۲۷	۳.۶	۴
۵.۳	۲۸	۳.۹	۵
۵.۳	۲۹	۴.۰	۶
۵.۳	۳۰	۴.۲	۷
۵.۳	۳۱	۴.۳	۸
۵.۳	۳۲	۴.۴	۹
۵.۴	۳۳	۴.۵	۱۰
۵.۴	۳۴	۴.۶	۱۱
۵.۴	۳۵	۴.۶	۱۲
۵.۴	۳۶	۴.۷	۱۳
۵.۴	۳۷	۴.۷	۱۴
۵.۵	۳۸	۴.۸	۱۵
۵.۵	۳۹	۴.۸	۱۶
۵.۵	۴۰	۴.۹	۱۷
۵.۶	۴۵	۴.۹	۱۸
۵.۶	۵۰	۵.۰	۱۹
۵.۸	۶۰	۵.۰	۲۰
۵.۹	۷۰	۵.۰	۲۱
۵.۹	۸۰	۵.۱	۲۲
۶.۰	۹۰	۵.۱	۲۳
۶.۱	۱۰۰	۵.۱	۲۴

یادآوری: عامل گستره بحرانی $f(n)$ ۹۵٪ چندک توزیع $(X_{MAX} - X_{MIN})/\sigma$ است که X_{MAX} و X_{MIN} مقادیر نهایی در یک نمونه با اندازه n از یک توزیع نرمال با انحراف معیار σ می باشند.

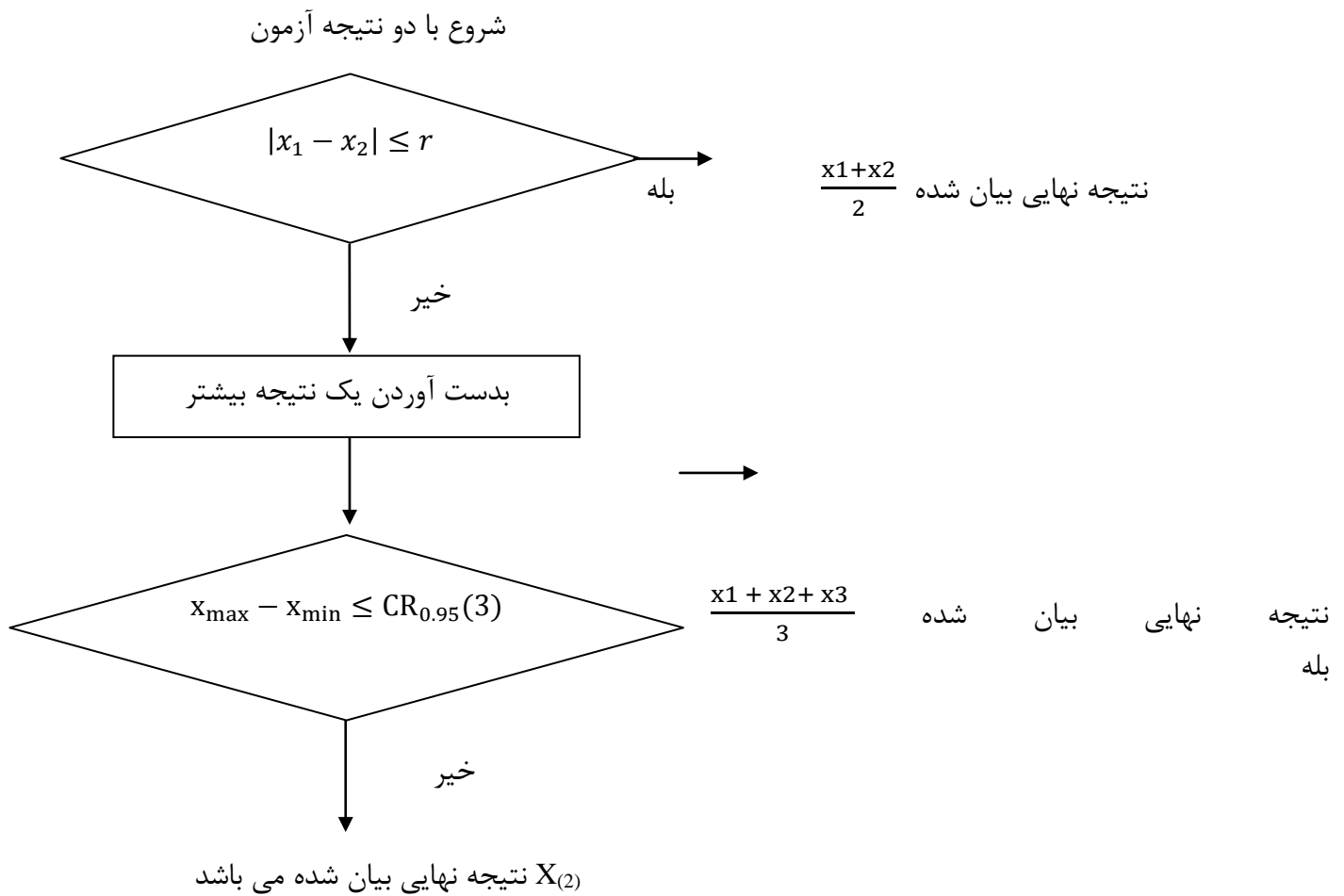


که در آن:

$x(2)$ دومین کوچکترین نتیجه است

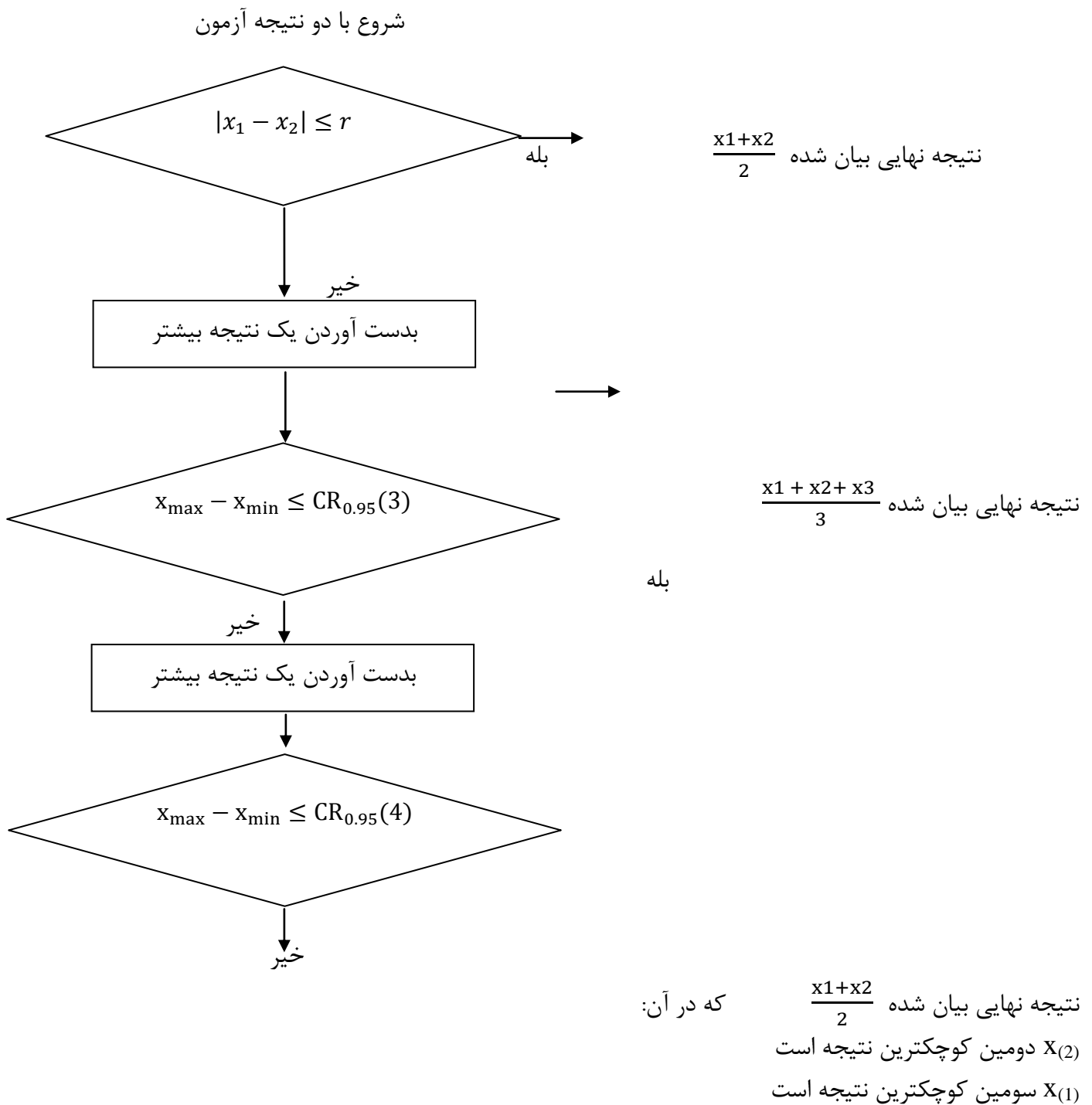
$x(3)$ سومین کوچکترین نتیجه است

شکل ۱- روشی برای بررسی قابل قبول بودن نتایج آزمون که تحت شرایط تکرار پذیری و هنگامی که دو نتیجه آزمون برای شروع به دست آمده اند و به دست آوردن نتایج آزمون پر هزینه نیست. مورد ۱-۲-۲-۵



که در آن:
 $X(2)$ دومین کوچکترین نتیجه است.

شکل ۲- روش بررسی قابل قبول بودن نتایج آزمون که تحت شرایط تکرار پذیری و هنگامیکه دو نتیجه آزمون برای شروع به دست آمده اند و به دست آوردن نتایج آزمون پر هزینه است. مورد ۵-۲-۲-۲



شکل ۳- روش بررسی قابل قبول بودن نتایج آزمون که تحت شرایط تکرار پذیری و هنگامی که دو نتیجه آزمون برای شروع به دست آمده‌اند و به دست آوردن نتایج آزمون پر هزینه است. مورد ۵-۲-۲-۲-ب

۵-۲-۳ آغاز یک عملیات با بیش از دو نتیجه آزمون

گاهی شروع با بیش از دو نتیجه آزمون کاربردی است. روش به دست آوردن نتیجه نهایی بیان شده تحت شرایط تکرار پذیری برای مواردی که $n > 2$ است مشابه مواردی است که $n = 2$ است.

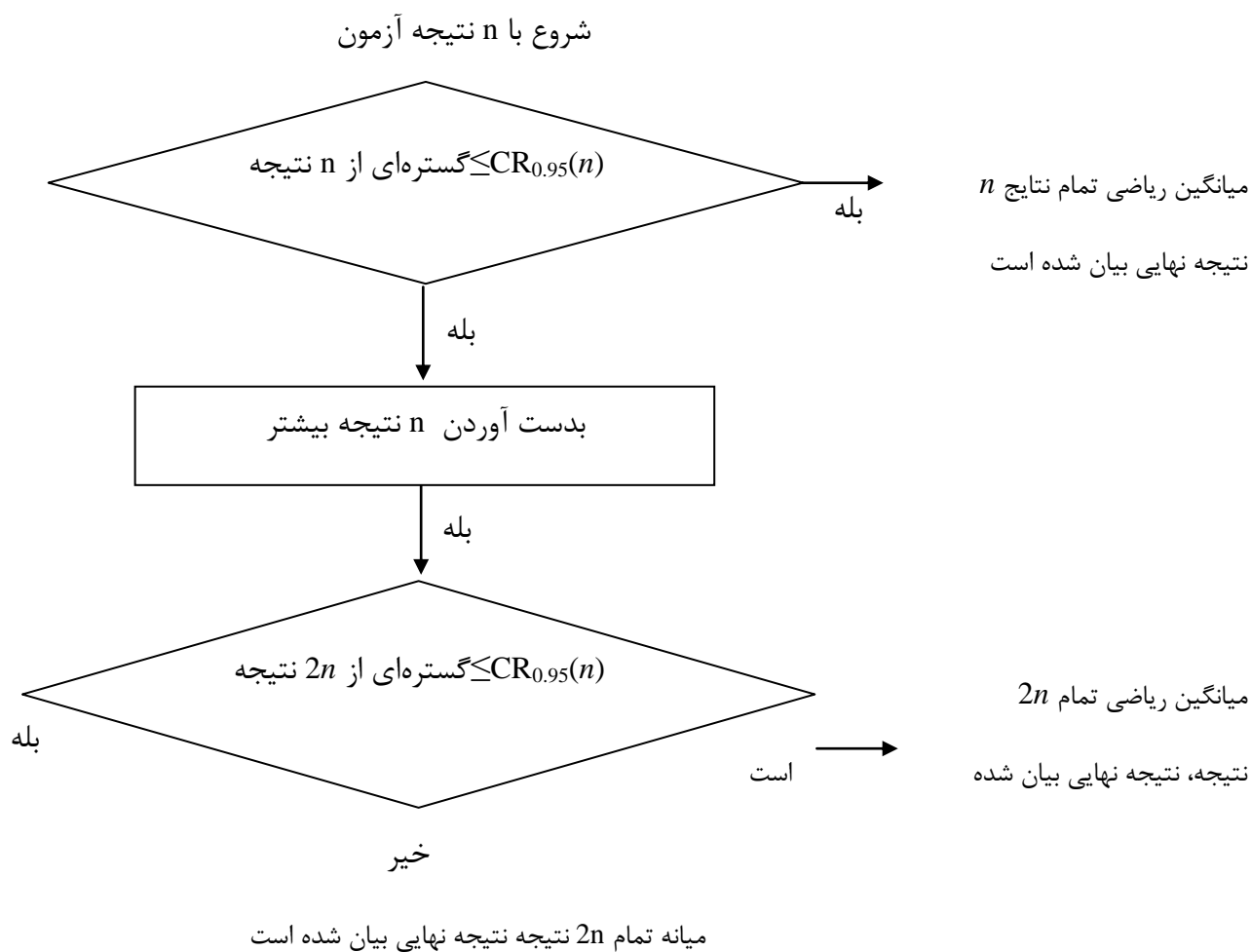
گستره $(X_{MAX} - X_{MIN})$ نتایج آزمون با گستره بحرانی $CR_{0.95}(n)$ محاسبه شده از جدول شماره یک برای مقدار مناسب n مقایسه می‌شود. چنانچه گستره از گستره بحرانی بیشتر نشود میانگین حسابی همه نتایج اندازه‌گیری n به عنوان نتیجه نهایی بیان شده بکار گرفته می‌شود.

اگر گستره از گستره بحرانی $CR_{0.95}(n)$ بیشتر شود برای به دست آوردن نتیجه نهایی بیان شده، تصمیم‌گیری باید بر اساس یکی موارد الف، ب و یا ج داده شده در شکل ۴ تا ۶ انجام خواهد شد.

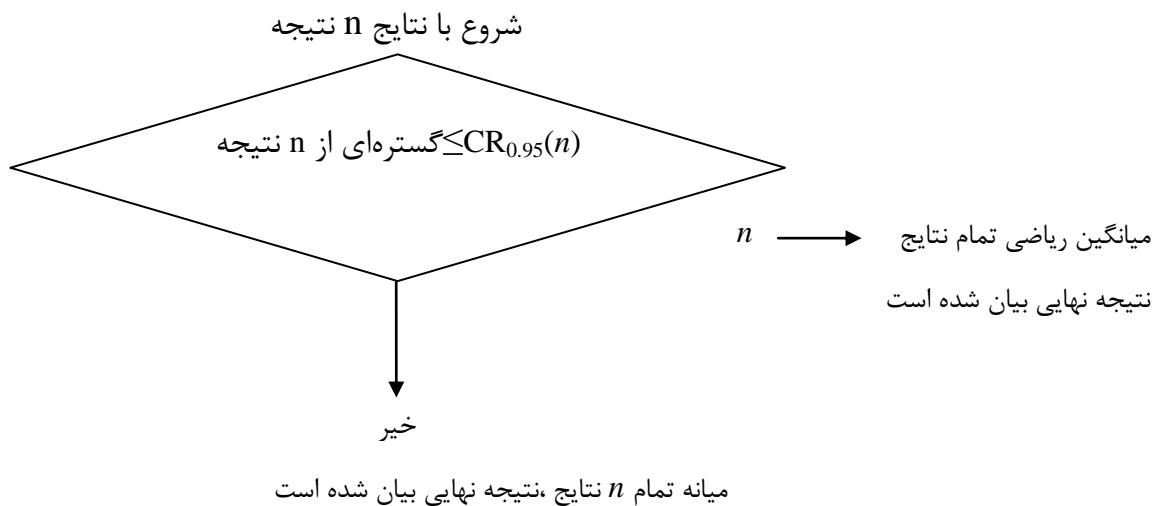
موارد الف و ب مربوط به مواردی است که به دست آوردن نتایج آزمون به ترتیب کم‌هزینه و یا پرهزینه هستند. مورد ج مورد دیگری است که برای زمانی که عدد آغازین نتایج آزمون ۵ یا بیش از آن باشد و به دست آوردن هر نتیجه آزمون کم هزینه باشد یا زمانی که عدد آغازین نتیجه آزمون ۴ یا بیشتر باشد و به دست آوردن هر نتیجه آزمون پرهزینه باشد پیشنهاد می‌شود.

برای اندازه‌گیری‌های کم هزینه، تفاوت بین مورد الف و مورد ج در این است که در مورد الف به n اندازه‌گیری بیشتر نیاز داریم در حالی که مورد ج به کمتر از نصف آن تعداد اندازه‌گیری نیاز دارد. تصمیم‌گیری وابسته به اندازه n و سهولت اندازه‌گیری دارد.

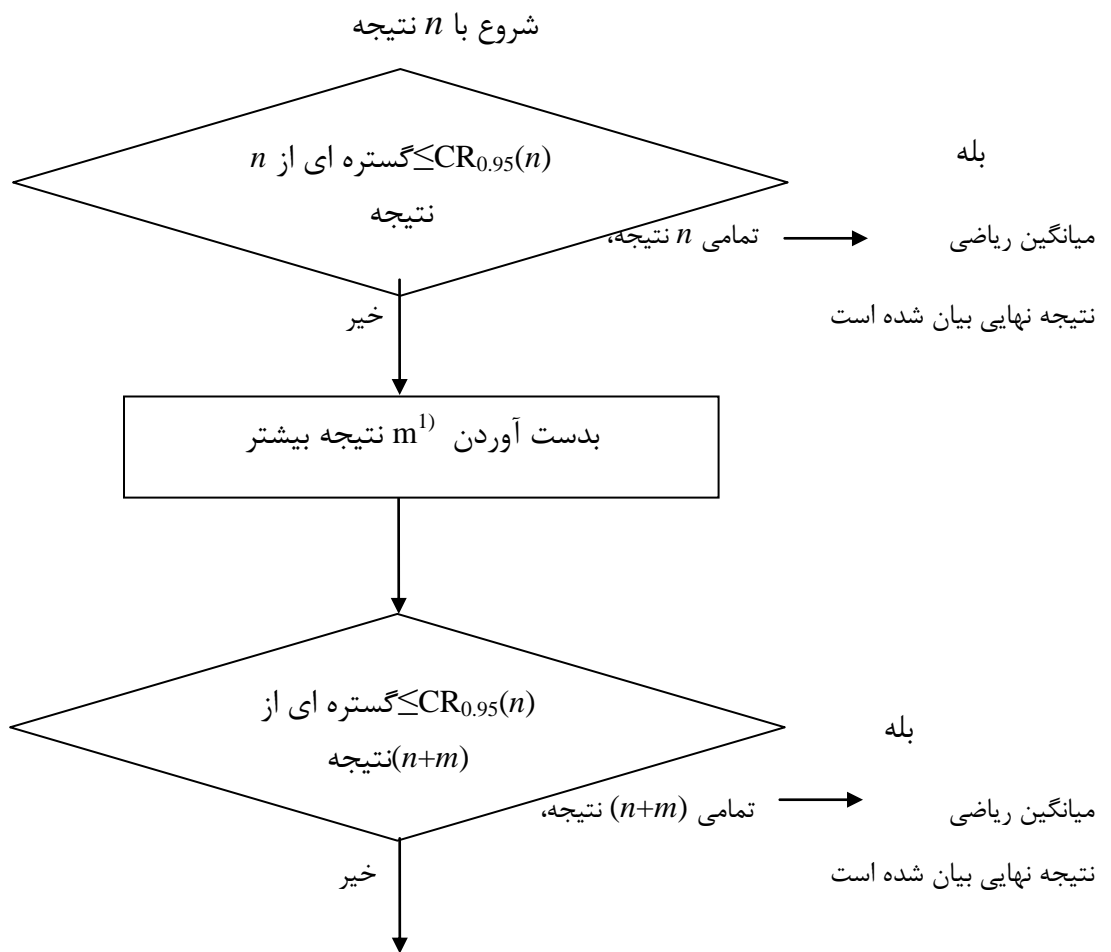
برای اندازه‌گیری‌های پرهزینه تفاوت بین موارد ب و ج این است که مورد ج به اندازه‌گیری‌های بیشتر نیاز دارد در حالی که در مورد ب اندازه‌گیری‌های بیشتر انجام نمی‌شود. مورد ب تنها باید زمانی در نظر گرفته شود که اجرای اندازه‌گیری‌های بیشتر بسیار پرهزینه باشد طوری که منع می‌شود.



شکل ۴- روشی برای بررسی قابل قبول بودن نتایج آزمون که تحت شرایط تکرارپذیر به دست آمده‌اند، وقتی که n نتیجه آزمون برای شروع به دست آمده است و به دست آوردن نتایج آزمون کم هزینه است: مورد الف



شکل ۵- روشی برای بررسی قابل قبول بودن نتایج آزمون که تحت شرایط تکرارپذیر به دست آمده اند، وقتی که n نتیجه آزمون برای شروع به دست آمده است و به دست آوردن نتایج آزمون پرهزینه است: مورد ب



میانگین تمامی $(n+m)$ نتیجه، نتیجه نهایی بیان شده است

$m(1)$ باید به عنوان یک عدد صحیح که شرایط را برآورده می‌سازد انتخاب شود.

$$n/3 \leq m \leq n/2$$

شکل ۶- روشی برای بررسی قابل قبول بودن نتایج آزمون که تحت شرایط تکرارپذیر به دست آمده اند، وقتی که $n \geq 5$ و به دست آوردن نتایج آزمون کم هزینه باشد، یا $n \geq 4$ و به دست آوردن نتایج آزمون هزینه بر باشد: مورد ج

۴-۲-۵ مثالی از مورد ب: یک آنالیز شیمیایی پر هزینه

موارد پرهزینه اغلب در آنالیزهای شیمیایی که شامل روش‌های زمان بر و پیچیده که زمان دو، سه روز و یا بیشتر برای یک آنالیز مورد نیاز است، دیده می‌شود. در چنین مواردی اجرای مجدد آنالیز وقتی که از نظر تکنیکی، داده مورد سوال و یا پرت در آنالیز اول به دست آید پرهزینه و مشکل‌ساز می‌شود بنابراین معمولاً از همان ابتدا تحت شرایط تکرار پذیری سه یا چهار نتیجه آزمون به دست می‌آید و فرآیند آزمون مطابق مورد ب می‌باشد به شکل ۵ مراجعه شود.

برای مثال در تعیین طلا و نقره در سنگ معدن به وسیله روش آتش زدن، اگرچه چندین روش وجود دارد، تمامی آن‌ها تجهیزات خاص گران‌قیمت، کاربرهای با مهارت بالا و زمان طولانی معمولاً دو روز برای تکمیل کامل فرآیند و حتی چنانچه سنگ معدن شامل فلزهای گروه پلاتینیوم یا دیگر عناصر همسان خاص دیگر باشد زمان بیشتری مورد نیاز است.

در ادامه نتایج چهار آزمون برای تعیین طلا در کنستانتره مس تحت شرایط تکرار پذیری آمده است:

Au (in g/t) : ۱۱/۰ ۱۱/۰ ۱۰/۸ ۱۰/۵

این نتایج آزمون بر اساس روش ب تهیه شده‌اند.

روشی برای تعیین طلا و نقره در استاندارد بین‌المللی موجود تعیین نشده است، اما زمانی که مقدار $\sigma_r = 0.12 \text{ g/t}$ برای تعیین طلا داده شده باشد

$$CR_{0.95}(4) = 3.6 \times 0.12 = 0.43 \text{ g/t}$$

مطابق جدول یک هنگامی که $f(4) = 3.6$ از آن جای که گستره ۴ نتیجه آزمون و بیشتر به صورت :

$$11.0 - 10.5 = 0.5 \text{ g/t}$$

می‌باشد که بزرگتر از $CR_{0.95}(4)$ است، نتیجه نهایی بیان شده میانه چهار نتیجه آزمون است به طور مثال :

$$\frac{11.0 + 10.8}{2} = 10.9 \text{ g/t}$$

۵-۲-۵ نکته‌ای درباره‌ی دقت آزمایش

اگر روش‌های ارائه شده در بند های ۲-۲-۵ و ۳-۲-۵ مقدار نتایج به طور متناوب بیش از مقادیر بحرانی باشد دقت روش اندازه‌گیری برای این آزمایشگاه و یا دقت آزمایش باید بررسی شود.

۶-۲-۵ گزارش نتیجه نهایی بیان شده

اگر تنها نتیجه آزمون نهایی بیان شده ارائه شود هر دو مورد زیر باید مشخص شوند:

- تعداد نتایج آزمون که در محاسبه نتیجه نهایی بیان شده بکار رفته‌اند.
- و اینکه میانگین حسابی و میانه نتایج آزمون گرفته شده است.

۳-۵ روش‌های بررسی قابل قبول بودن نتایج آزمون به دست آمده تحت هر دو شرایط تکرار پذیری و تجدیدپذیری

۱-۳-۵ کلیات

این روش‌ها برای مواردی است که دو آزمایشگاه نتایج آزمون را به دست آورده باشند و تفاوت‌هایی در نتایج آزمون یا میانگین حسابی نتایج آزمون وجود داشته باشد. انحراف معیار تجدیدپذیری به اندازه انحراف معیار تکرار پذیری بخشی از روش آزمون آماری می‌شود.

در تمامی موارد حصول نتایج آزمون از نمونه‌های آزمون، مواد به میزان کافی و همچنین مقداری ذخیره برای به دست آوردن نتایج آزمون در صورتی که آزمون مجدد مورد نیاز باشد، باید فراهم شود. اینکه مقدار ذخیره چه میزان باشد بستگی به روش اندازه‌گیری و پیچیدگی آن دارد. در هر صورت، باقی مانده مواد باید به دقت نگهداری شوند تا از فساد یا ایجاد تغییرات زیان بار در مواد آزمون جلوگیری شود.

نمونه‌های آزمون باید یکسان باشند به این معنی که نمونه‌های آخرین مرحله از فرآیند تولید نمونه در هر دو آزمایشگاه مورد استفاده قرار گیرند.

۲-۳-۵ آزمون آماری برای توافق بین نتایج آزمون دو آزمایشگاه

۱-۲-۳-۵ مواردی که فقط یک نتیجه آزمون در هر آزمایشگاه به دست آمده باشد.

هنگامی که هر آزمایشگاه تنها یک نتیجه آزمون به دست آورده باشد اختلاف مطلق بین دو نتیجه آزمون باید با حد تجدید پذیری $R=2.8\sigma_R$ سنجیده شود. اگر اختلاف مطلق بین دو نتیجه آزمون از R تجاوز نکند دو نتیجه آزمون مورد توافق در نظر گرفته می‌شوند و میانگین دو نتیجه آزمون می‌تواند به عنوان نتیجه نهایی بیان شده در نظر گرفته شود.

اگر اختلاف مطلق بین دو نتیجه آزمون از R تجاوز کند تعیین اینکه این تفاوت به علت دقت پایین روش اندازه‌گیری است و یا تفاوت در نمونه‌های آزمون، ضروری می‌باشد. برای آزمون دقت تحت شرایط تکرار پذیری هر آزمایشگاه باید روش اجرایی شرح داده شده در بند ۲-۲-۵ را پیدا سازی کند.

۲-۲-۳-۵ مواردی که دو آزمایشگاه بیش از یک نتیجه آزمون تک مقداری به دست می‌آورند

فرض بر این است که هر آزمایشگاه روش ۲-۵ را بکار گرفته باشد و از طریق آن نتیجه نهایی بیان شده را به دست آورده باشد بنابراین تنها لازم است که قابل قبول بودن دو نتیجه نهایی بیان شده بررسی شود. برای تعیین اینکه نتایج بیان شده آزمایشگاه‌ها مورد توافق هستند اختلاف مطلق بین دو نتیجه نهایی بیان شده باید با تفاوت بحرانی $CD_{0.95}$ همانطور که در زیر آمده است سنجیده شود.

الف - $CD_{0.95}$ برای دو میانگین حسابی نتایج آزمون n_1 و n_2 به ترتیب زیر است:

$$CR_{0.95} = \sqrt{R^2 - r^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)}$$

توجه داشته باشید که در رابطه بالا اگر $n_1=n_2=1$ باشد عبارت همان طور که در بند ۵-۳-۲-۱ آمده است برابر R می-شود.

اگر $n_1=n_2=2$ باشد عبارت به صورت رابطه زیر کاهش می‌یابد:

$$CR_{0.95} = \sqrt{R^2 - \frac{r^2}{2}}$$

ب - $CD_{0.95}$ برای یک میانگین حسابی n_1 و یک میانه نتایج آزمون n_2 بترتیب زیر است:

$$CR_{0.95} = \sqrt{R^2 - r^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{(c(n_2))^2}{2n_2}\right)}$$

که در آن $c(n)$ نسبت انحراف معیار میانه به انحراف معیار میانگین حسابی می باشد. مقدار آن در جدول شماره دو داده شده است.

ج - $CD_{0.95}$ برای دو میانه نتایج آزمون n_1 و n_2 بترتیب برابر رابطه زیر است :

$$CR_{0.95} = \sqrt{R^2 - r^2 \left(1 - \frac{(c(n_1))^2}{2n_1} - \frac{(c(n_2))^2}{2n_2}\right)}$$

برای مقادیر $c(n)$ به جدول شماره دو مراجعه شود.

اگر از اختلاف بحرانی تجاوز نشده باشد هر دو نتیجه نهایی بیان شده دو آزمایشگاه قابل قبول هستند و میانگین کل این دو نتیجه نهایی بیان شده می‌تواند مورد استفاده قرار گیرد. اگر از اختلاف بحرانی تجاوز شده باشد باید از روش ذکر شده در بند ۵-۳-۳ پیروی شود.

جدول ۲- مقادیر $c(n)$

$c(n)$	تعداد نتایج آزمون، n
۱.۰۰۰	۱
۱.۰۰۰	۲
۱.۱۶۰	۳
۱.۰۹۲	۴
۱.۱۹۷	۵
۱.۱۳۵	۶
۱.۲۱۴	۷
۱.۱۶۰	۸
۱.۲۲۳	۹
۱.۱۷۶	۱۰
۱.۲۲۸	۱۱
۱.۱۸۷	۱۲
۱.۲۳۲	۱۳
۱.۱۹۶	۱۴
۱.۲۳۵	۱۵
۱.۲۰۲	۱۶
۱.۲۳۷	۱۷
۱.۲۰۷	۱۸
۱.۲۳۹	۱۹
۱.۲۱۲	۲۰

۳-۳-۵ رفع اختلاف بین نتایج دو آزمایشگاه

اختلاف بین نتایج آزمون یا نتایج نهایی بیان شده بین دو آزمایشگاه می‌تواند به دلایل زیر باشد:

- اختلاف سیستماتیک بین دو آزمایشگاه
- اختلاف در نمونه‌های آزمون
- خطاهایی در تعیین σ_r و یا σ_R

چنانچه تبادل نمونه‌های آزمون و یا مواد استاندارد مرجع امکان پذیر باشد، هر آزمایشگاه باید نتایج آزمون را با استفاده از نمونه‌های آزمون دیگری برای تعیین وجود و درجه خطای سیستماتیک به دست آورد. اگر تبادل نمونه‌های آزمون ممکن نباشد هر آزمایشگاه باید نتیجه‌های آزمون را روی نمونه‌های مشترک (ترجیحا موادی با مقدار مشخص) به دست آورد. فایده استفاده از ماده‌ای که مقدار آن مشخص باشد این است که خطای سیستماتیک می‌تواند به یک یا هر دو آزمایشگاه نسبت داده شود. چنانچه استفاده از ماده با مقدار مشخص امکان پذیر نباشد برای تعیین خطای سیستماتیک آزمایشگاه‌ها، دو آزمایشگاه باید برای مراجعه به آزمایشگاه مرجع سوم به توافق برسند.

وقتی که اختلاف ناشی از تفاوت بین نمونه‌های آزمون باشد، هر دو آزمایشگاه باید یک نمونه‌برداری مشترک انجام دهند یا طرف سومی برای انجام عملیات نمونه برداری باید دعوت شوند.

۴-۳-۵ داوری

دو طرف قرارداد می‌توانند برای فرآیند داوری در زمان نتیجه‌گیری قرارداد یا وقتی که اختلافی پیش می‌آید توافق نمایند.

۶ روش‌های بررسی پایداری نتایج آزمون در آزمایشگاه

۱-۶ پیش‌زمینه

۱-۱-۶ اولین گام در کنترل کیفیت تعیین کمیت به وسیله آنالیزهای شیمیایی، آزمون فیزیکی، آزمون‌های حسی و غیره می‌باشد. مقادیر مشاهده شده که به وسیله این روش‌های تعیین خاصیت به دست می‌آیند همواره با خطاهایی همراه هستند که می‌تواند به خطاهایی در ارتباط با عوامل زیر تقسیم شوند:

- نمونه برداری

- آماده سازی نمونه

- اندازه گیری و ...

به هر حال این بند تنها به خطاهایی می‌پردازد که در خلال اندازه‌گیری بوجود می‌آید. این خطای اندازه‌گیری شامل تغییرپذیری جدانشدنی بین آزمایش‌های یک نمونه آزمون هستند.

۲-۱-۶ این گونه در نظر گرفته می‌شود که خطای اندازه‌گیری به بخش‌های زیر تقسیم می‌شود:

- خطایی که به علت تصادفی مرتبط می‌باشد (دقت)

- خطایی که به دلایل سیستماتیک مربوط می‌شود (صحت)

۳-۱-۶ هنگام در نظر گرفتن یک روش آزمایش، کاملاً طبیعی است انتظار داشته باشیم که هر دو دقت و صحت روش اندازه‌گیری رضایت بخش باشد. هر چند هیچ تضمینی وجود ندارد که چنانچه دقت روش اندازه‌گیری رضایت بخش باشد درستی آن نیز رضایت بخش باشد. به هر حال هنگامی که پایداری نتایج آزمون در یک آزمایشگاه بررسی می‌شود بررسی هر دوی دقت و صحت نتایج آزمون و نگهداری هر دو این اندازه‌ها، به ترتیب در سطح مطلوب برای مدت زمان طولانی ضروری است.

۴-۱-۶ به هر صورت ممکن است برای یک روش اندازه‌گیری هیچ مقدار واقعی وجود نداشته باشد و یا حتی اگر مقدار واقعی هم وجود داشته باشد هیچ شانس برای بررسی صحت نتایج آزمون به دلیل در دسترس نبودن ماده مرجع (RM) وجود نداشته باشد. این مثال‌ها در جدول سه نشان داده شده‌اند.

اگر ماده مرجعی وجود نداشته باشد بررسی صحت نتیجه اندازه‌گیری سخت خواهد بود. اگر چه در عمل در بسیاری از موارد نتیجه آزمون توسط کاربر ماهر در یک آزمایشگاه مجهز با یک روش اندازه‌گیری استاندارد (ترجیحا یک روش صریح) به طور کامل و دقیق به دست می‌آید، نتیجه آزمون می‌تواند به عنوان یک مقدار مرجع بجای مقدار گواهی شده استفاده شود.

۵-۱-۶ برای بررسی پایداری نتیجه آزمون در یک آزمایشگاه، نمودارهای شوارت (استاندارد ایزو ۸۲۵۸) و نمودارهای تجمعی در این بخش از استاندارد مورد استفاده قرار می‌گیرد.

در مواردی که صحت یا دقت دارای گرایش یا انتقال هستند نمودار تجمعی از نمودار شوارت موثرتر است در حالی که در مواردی که ممکن است تغییر ناگهانی رخ دهد کاربرد نمودار تجمعی بجای نمودار شوارت مزیتی وجود نخواهد داشت.

از آنجایی که احتمال وقوع انتقال یا گرایش در صحت و احتمال وقوع تغییر ناگهانی در دقت بیشتر است استفاده از نمودار تجمعی برای بررسی صحت و نمودار شوارت برای بررسی دقت پیشنهاد می‌شود.

اگر چه ممکن است برای بررسی دقت و صحت استفاده از هر دوی این نمودارهای کنترل به طور موازی ارزش داشته باشد.

۶-۱-۶ به دلیل اینکه فرآیند بررسی مدت زمان طولانی‌تری را پوشش می‌دهد و احتمال وقوع تغییرات در کاربر یا تجهیزات وجود دارد شرایط تکرارپذیری واقعی اعمال نخواهد شد. بنابراین فرآیند بررسی مستلزم استفاده از اندازه‌های دقت که در قسمت سه همین استاندارد شرح داده شده است، می‌شود.

۲-۶ روش‌های بررسی پایداری

۱-۲-۶ کلیات

۱-۱-۲-۶ در زمان بررسی پایداری نتایج آزمون در یک آزمایشگاه دو مورد باید بررسی شود:

الف) برای نتایج آزمون معمول بکار برده شده در فرآیندهای کنترل

ب) برای نتایج آزمون بکار گرفته شده به منظور تعیین قیمت مواد خام و کالاهای تولیدی

جدول ۳- طبقه بندی مشخصه‌های مواد آزمون با توجه به مقادیر واقعی و پارامترهای مهم برای بررسی درستی (دقت و

صحت) نتایج

مثال			طبقه بندی ^۱
پارامترهای مهمی برای بررسی صحت ^۳	ماده مرجع RM ^۲	ویژگی	
Δ and σ_w	RM ^f	ترکیبات شیمیایی اسید بنزوئیک	یک مقدار تئوری بر اساس اصول علمی عملاً می تواند به عنوان یک مقدار واقعی مقرر شود
Δ and σ_w	RM	الف- درصد آهن در سنگ معدن ب- درصد گوگرد در سولفید آهن	اگر چه به صورت تئوری یک مقدار واقعی وجود دارد ولی در عمل نمی توان یک مقدار واقعی منحصر به فرد را با روش های موجود مقرر کرد بنابراین مقدار توافقی بر پایه کار تجربی مشترک تحت راهنمای یک گروه علمی یا مهندسی به عنوان یک مقدار واقعی قراردادی پذیرفته می شود.
Δ and σ_w $\sigma_M/\sigma_w, \sigma_w$ and σ_L	RM NO ^e	الف- مقدار اکتان گازوئیل ب- سختی کک ج- آهنگ جریان ذوب پلاستیک های حرارتی	یک مقدار تعیین شده بر اساس روش آزمون مرجع بین المللی ، ملی یا یک سازمان اختصاصی به عنوان یک مقدار واقعی قرار دادی پذیرفته می شود.
σ_w and σ_L	NO ^y		

۱- به استاندارد بین المللی ISO 3435-1 مراجعه شود.
 ۲- به استاندارد بین المللی ISO GUIDE 35 مراجعه شود.
 ۳- Δ اریبی آزمایشگاه است ، σ_w انحراف معیار درون آزمایشگاهی است ، σ_L انحراف معیار بین آزمایشگاهی است σ_M انحراف معیار بین نمونه آزمون است
 ۴- اگر مواد آزمایش پایدار و خالص باشند می توانند به عنوان RM استفاده شوند.
 ۵- NO RM می تواند در نتیجه عدم پایداری مواد ایجاد شود.
 ۶- NO RM می تواند در نتیجه یک توده حجیم که شامل ذرات شکننده جامد که در اندازه و شکل و ترکیب متفاوتند باشند
 ۷- مقدار مرجع خود به وسیله یک روش اندازه گیری تعریف شده است.

۲-۱-۲-۶ در مورد الف لازم است انحراف معیارهای دقت میانی با یک، دو یا سه عامل متفاوت که از نتایج آزمون در یک آزمایشگاه خاص برای مدت زمان طولانی به دست آمده‌اند، برای مشاهده اینکه اندازه دقت در سطح دلخواه باقی می ماند بررسی شود (مثال ۲ در ۶-۲-۳ را ملاحظه نمایید) در این مورد تنها بررسی اندازه دقت برای اکثر موارد

کافی است چرا که حتی اگر نتایج آزمون دارای اریبی باشند بررسی تغییرات فرآیند در صورتی که تغییرات نتایج آزمون در مقایسه با فرآیند تولید آن به اندازه کافی کوچک باشد امکان پذیر است. به هر حال اگر انحراف معیار تکرارپذیری به این منظور استفاده شود، به دلیل وجود حساسیت بیش از حد در کنترل فرآیند ممکن است منجر به یک واکنش افراطی گردد. بنابراین توصیه می‌شود برای این منظور از انحراف معیار دقت میانی مناسبی استفاده شود.

۳-۱-۲-۶ در مورد ب بررسی صحت (مثال ۳ در ۴-۲-۶ را ببینید) به همان اندازه بررسی دقت برای مشاهده اینکه هر دو اندازه در سطح مطلوب باقی بمانند لازم است بنابراین یک مقدار مرجع پذیرفته شده در این مورد نیاز است.

۴-۱-۲-۶ چهار مثال در زیر عنوان شده است:

- مثال‌های ۱ و ۲ چگونگی بررسی پایداری یک تکرارپذیری یا پایداری یک اندازه دقت میانی به وسیله روش نمودار شوارت را نشان می‌دهند.

- مثال‌های ۳ و ۴ چگونگی بررسی صحت به وسیله نمودار شوارت و یا با روش نمودار تجمعی را نشان می‌دهد.

۲-۲-۶ مثال ۱: بررسی پایداری انحراف معیار تکرارپذیری یک آنالیز جاری

۱-۲-۲-۶ پیش زمینه

الف- روش اندازه‌گیری

تعیین میزان نیکل به روش ارائه شده در ISO 6352: 1985

ب- منبع:

گزارش جاری از یک آزمایشگاه در کارخانه ذوب فرونیکل در سپتامبر ۱۹۸۵

ج- شرح:

در آزمایشگاه کاری^۱ یک کارخانه ذوب فرو نیکل هر روزه آنالیزهای شیمیایی برای تعیین ترکیبات شیمیایی محصولات فرو نیکلی و همچنین بررسی پایداری تعیین نیکل با استفاده از ماده مرجع اختصاصی آماده شده توسط آزمایشگاه انجام می‌شود.

به منظور بررسی پایداری تعیین نیکل که در بالا به آن اشاره شد روزانه دو بخش آزمون ماده مرجع اختصاصی تحت شرایط تکرارپذیری آنالیز می‌شود. برای مثال توسط یک کاربر و با استفاده از تجهیزات یکسان و به صورت هم زمان.

درصد ترکیبات شیمیایی ماده مرجع اختصاصی به صورت زیر است:

Ni	٪۴۷.۲۱	Co	٪۱.۲۲۳	Si	٪۳.۵۰
Mn	٪۰.۰۱۵	P	٪۰.۰۰۳	S	٪۰.۰۰۰۱
Cr	٪۰.۰۰۳	Cu	٪۰.۰۳۸		

۲-۲-۲-۶ داده‌های اصلی

نتایج آزمون آنالیزهای جاری میزان نیکل ماده مرجع اختصاصی که تحت شرایط تکرارپذیری به دست آمده‌اند در جدول ۵ با x_1 و x_2 که به صورت درصد جرم نشان داده شده آمده است.

۶-۲-۳ بررسی پایداری به روش نمودار شوارت

با استفاده روش نمودار شوارت (نمودار R) (استاندارد ایزو ۸۲۵۸ را ملاحظه فرمایید) بر روی نتایج آزمون در جدول ۵ پایداری نتایج آزمون بررسی شده است و بزرگی انحراف معیار تکرارپذیری ارزیابی شده است. در محاسبه خط مرکزی و حدود کنترل (UCL , LCL) عامل‌های داده شده در جدول ۴ استفاده شده است.

یادآوری ۴- برای جلوگیری از سردرگمی در کاربرد نماد R که در اینجا برای تجدید پذیری به کار می‌رود، پس از این، از واژه نمودار نمودار - R از استاندارد ایزو ۸۲۵۸ به عنوان نمودار گستره استفاده می‌کنیم.

جدول ۴- عوامل محاسبه نمودار گستره

عوامل (ضرایب) محاسبه خط مرکزی و حدود کنش ^۱			عوامل (ضرایب) محاسبه حدود هشدار ^۲		
تعداد مشاهدات در زیر گروه	عامل (ضریب) برای خط مرکزی d_2	عامل (ضریب) برای حد کنش D_2	عوامل (ضرایب) برای حدود هشدار		
			d_3	$D_1(2)$	$D_2(2)$
۲	۱.۱۲۸	۳.۶۸۶	۰.۸۵۳	-	۲.۸۳۴
۳	۱.۶۹۳	۴.۳۵۸	۰.۸۸۸	-	۳.۴۶۹
۴	۲.۰۵۹	۴.۶۹۸	۰.۸۸۰	۰.۲۹۹	۳.۸۱۹
۵	۲.۳۲۶	۴.۹۱۸	۰.۸۶۴	۰.۵۹۸	۴.۰۵۴

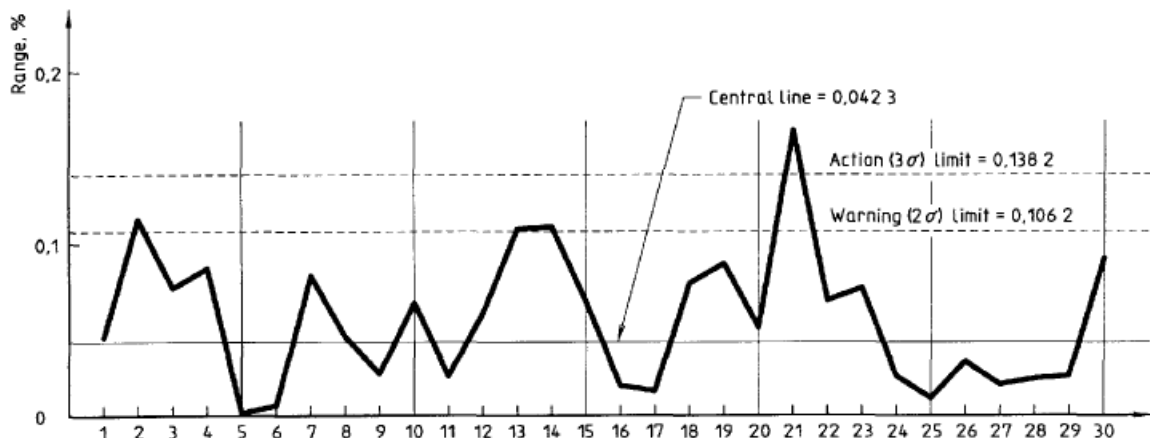
(۱) این داده‌ها از جدول ۲ استاندارد ISO 8258 استخراج شده‌اند.
 (۲) ضرایبی که برای محاسبه حدود هشدار بکار گرفته شده‌اند، به صورت زیر می‌باشند:
 $d_2 - 2 d_3 = D_1(2)$
 $d_2 + 2 d_3 = D_2(2)$

جدول ۵- گزارش کار نمودار کنترل برای مثال ۱ (۶-۲-۲)

مقدار نیکل از یک مواد مرجع اختصاصی (m/m) %	۱- مشخصه های کیفی
استاندارد Iso 6352	۲- واحد اندازه گیری
از ۱ سپتامبر تا ۳۰ سپتامبر ۱۹۸۵	۳- روش آنالیز
آزمایشگاه کاری الف از یک کارخانه ذوب فرونیکل	۴- دوره
	۵- آزمایشگاه

1 -Upper control limit
2 -Lower control limit

توضیحات	دامنه w	مقدار مشاهده شده		تاریخ آنالیزها ترتیب
		X ₂	X ₁	
	0/046	47/333	47/379	1
	0/113	47/148	47/261	2
	0/075	47/195	47/270	3
	0/083	47/287	47/370	4
	0/004	47/284	47/288	5
	0/007	47/247	47/288	5
	0/079	47/160	47/254	6
	0/046	47/193	47/239	7
	0/024	47/354	47/239	8
	0/064	47/267	47/378	9
	0/023	47/278	47/331	10
	0/058	47/255	47/255	11
	0/107	47/167	47/255	11
	0/108	47/205	47/313	12
	0/065	47/231	47/274	13
در بالای حد هشدار	0/017	47/247	47/313	14
در بالای حد هشدار	0/015	47/253	47/296	15
	0/074	47/255	47/264	16
	0/087	47/240	47/238	17
	0/050	47/308	47/238	17
	0/162	47/133	47/181	18
در بالای حد کنش	0/066	47/244	47/327	19
	0/073	47/293	47/358	20
	0/024	47/185	47/295	21
	0/011	47/268	47/310	22
	0/030	47/200	47/366	23
	0/018	47/193	47/366	23
	0/021	47/216	47/209	24
	0/022	47/252	47/279	25
	0/088	47/212	47/178	26
			47/211	27
			47/195	28
			47/274	29
			47/300	30
	۱/۶۶۰			جمع
$\bar{w}/d_2=0/0490$	۰/۰۵۵۳			متوسط
<p>ملاحظات</p> <p>$\sigma_r=0/0375$</p> <p>Central line= $d_2\sigma_r = 1/128 \times 0/0375 = 0/0423$ (الف)</p> <p>(ب) حدود کنش</p> <p>$UCL = d_2\sigma_r = 3/686 \times 0/0375 = 0/1382$</p> <p>LCL= ندارد</p> <p>(ج) حدود هشدار</p> <p>$UCL = d_2(2)\sigma_r = 2/834 \times 0/0375 = 0/1382$</p> <p>LCL= ندارد</p>				



شکل ۷- نمودار گستره برای مقدار نیکل بر حسب درصد از یک مواد مرجع اختصاصی، به دست آمده تحت شرایط تکرار پذیری

از آنجایی که در این مثال انحراف معیار تکرارپذیری به دست آمده از نتایج آزمون در سه ماهه قبل (σ_r) به عنوان مقدار استاندارد برای نمودار کنترل گستره ارائه شده، نمودار کنترل به صورت زیر محاسبه می‌شود:

(الف)

$$\text{Central line} = d_2 \sigma_r = 1.128 \times 0.0375 = 0.0423$$

(ب) حدود کنش

$$UCL = D_2 \sigma_r = 3.686 \times 0.0375 = 0.1382$$

$$LCL = \text{none}$$

(پ) حدود هشدار

$$UCL = D_2(2) \sigma_r = 2.834 \times 0.0375 = 0.1062$$

$$LCL = \text{none}$$

تخمین انحراف معیار تکرار پذیری (S_r) از رابطه زیر به دست می‌آید:

$$w = |x_1 - x_2|$$

$$s_r = \frac{\sum_{i=1}^{30} \frac{w_i}{30}}{d_2} = \frac{\bar{w}}{d_2} = \frac{0.0553}{1.128} = 0.0490$$

گستره‌ها برای ۳۰ زیر گروه که هر یک شامل دو نمونه است محاسبه شده است. جدول ۵ مثالی از یک گزارش کار از این عملیات است و شکل ۷ مثالی از داده‌های نقطه چین با حدود کنترل نشان داده شده می‌باشد. نمودار نمایش داده شده در شکل ۷ نشان می‌دهد که نتایج آزمون پایدار نیستند، چرا که بالای حد کنش فقط یک نقطه و بالای حد هشدار یک جفت از نقطه‌های متوالی وجود دارد.

۳-۲-۶ مثال ۲: بررسی پایداری انحراف معیار میانی یک آنالیز جاری در حالتی که زمان و کاربر متفاوت هستند.

۱-۳-۲-۶ پیش زمینه

الف) روش اندازه گیری:

تعیین میزان گوگرد در کک کوره ذوب آهن با نتایج آزمون که به صورت درصد جرم بیان شده، توسط روش ارائه شده در استاندارد ISO351

ب) منبع

گزارش روزانه از یک آزمایشگاه کارخانه فولاد سازی در اگوست ۱۹۸۵

ج) شرح:

از باطری ککی^۱ که کک کوره ذوب آهن را تولید می کند نمونه های کک از هر بهره محصول در هر نوبت کاری از برنامه کاری سه شیفتی به صورت جاری گرفته می شود. سپس یک نمونه آزمون برای آنالیز شیمیایی در آزمایشگاه برای هر بهره محصول به منظور تعیین میزان گوگرد (m/m) % آماده می شود.

۲-۳-۲-۶ داده های اصلی

نتایج آزمون آنالیز کنترل کیفی میزان گوگرد (m/m) % در نمونه آزمون کک از باطری کک شماره یک در اگوست ۱۹۸۵ در جدول ۶ داده شده است. در ادامه یک نمونه آزمون کک که به صورت تصادفی انتخاب شده و جدا از نمونه های آزمون آنالیز شده در یک نوبت (x_1) قرار گرفته، دوباره توسط یک کاربر دیگر در روز بعد و در نوبت دیگری (x_2) آنالیز شده و نتایج آزمون هر روز مقایسه می شود.

۳-۳-۲-۶ بررسی پایداری توسط روش نمودار شیوارت

با اعمال روش نمودار شیوارت (نمودار گستره ; ISO 8285) بر روی داده های جدول ۶ پایداری نتایج آزمون بررسی می شود و بزرگی انحراف معیار دقت میانی در شرایط زمان و کاربر متفاوت ارزیابی می گردد.

با در نظر گرفتن عاملها، برای محاسبه خط مرکزی و حدود هشدار و کنش (UCL,LCL) مثال ۱ در ۲-۲-۶ را ملاحظه کنید. از آنجائی که انحراف معیار دقت میانی در شرایط زمان و کاربر متفاوت به دست آمده از نتایج آزمون در سه ماه قبلی سال $\sigma_1(TO)$ ، به عنوان مقدار استاندارد برای نمودار گستره که در این مثال داده شده است، نمودار کنترل به صورت زیر محاسبه می شود.

الف)

۱- منظور محل تزریق کک به آهن است(مخزن کک)

$$\text{Central line} = d_2\sigma_1(TO) = 1.128 \times 0.0133 = 0.0150$$

(ب) حدود کنش

$$UCL = D_2\sigma_1(TO) = 3.686 \times 0.0133 = 0.0490$$

$$LCL = \text{none}$$

(پ) حدود هشدار

$$UCL = D_2(2)\sigma_1(TO) = 2.834 \times 0.0133 = 0.0378$$

$$LCL = \text{none}$$

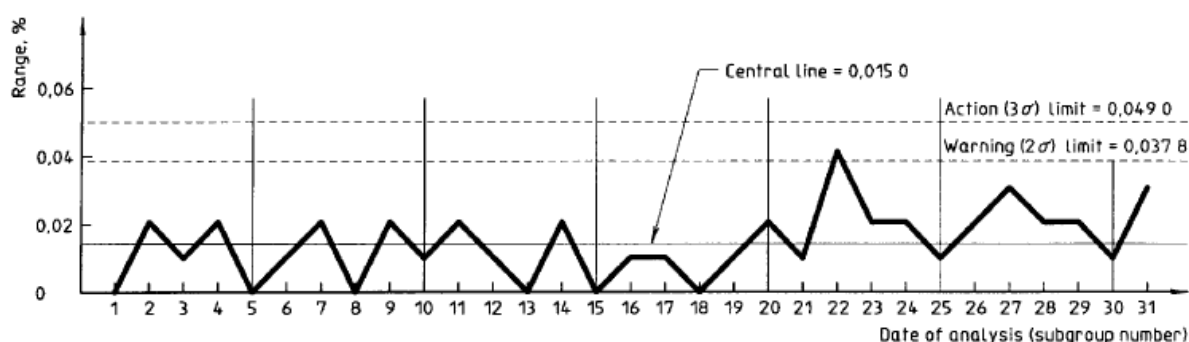
تخمین انحراف معیار دقت میانی زمان و کاربر متفاوت، $S_1(TO)$ از رابطه زیر به دست می آید:

$$W = |X_1 - X_2|$$

$$S_{I(TO)} = \left(\sum_{i=1}^{31} \frac{W_i}{31} \right) / d_2 = \bar{w} / d_2 = 0.0142 / 1.128 = 0.0126$$

گستره‌ها برای ۳۱ زیر گروه که هر یک شامل ۲ نمونه هستند، همانطور که در جدول ۶ آمده محاسبه شده‌اند و در شکل ۸ با حدود کنترل بالایی محاسبه شده در شکل ۸ رسم شده‌اند.

نمودار نشان داده شده در شکل ۸ هیچ نشانه‌ای دال بر عدم پایداری نتایج آزمون به دست نمی‌دهد.



شکل ۸- نمودار گستره برای مقدار گوگرد بر حسب درصد در کک کوره ذوب آهن، به دست آمده تحت شرایط دقت میانی زمان و کاربر متفاوت

جدول ۶- گزارش کار نمودار کنترل برای مثال ۲ (۶-۲-۳)

		مقدار گوگرد کک کوره ذوب آهن		۱- مشخصه‌های کیفی
		%(m/m)		۲- واحد اندازه گیری
		استاندارد iso 351		۳- روش آنالیز
		از ۱ جولای تا ۳۰ جولای ۱۹۸۵		۴- دوره
		آزمایشگاه کاری ب از یک کارخانه ذوب آهن		۵- آزمایشگاه
توضیحات	دامنه W	مقدار مشاهده شده		تاریخ آنالیزها ترتیب
		X ₂	X ₁	

	۰/۰۰	۰/۵۶	۰/۵۶	۱
	۰/۰۲	۰/۵۰	۰/۴۸	۲
	۰/۰۱	۰/۵۸	۰/۵۷	۳
	۰/۰۲	۰/۵۸	۰/۶۰	۴
	۰/۰۰	۰/۵۸	۰/۵۸	۵
	۰/۰۱	۰/۴۹	۰/۵۰	۶
	۰/۰۲	۰/۵۸	۰/۵۶	۷
	۰/۰۰	۰/۵۶	۰/۵۶	۸
	۰/۰۲	۰/۴۶	۰/۴۸	۹
	۰/۰۱	۰/۵۳	۰/۵۴	۱۰
	۰/۰۲	۰/۵۷	۰/۵۵	۱۱
	۰/۰۱	۰/۴۵	۰/۴۶	۱۲
	۰/۰۰	۰/۵۸	۰/۵۸	۱۳
	۰/۰۲	۰/۵۶	۰/۵۴	۱۴
	۰/۰۰	۰/۵۶	۰/۵۶	۱۵
	۰/۰۱	۰/۵۸	۰/۵۷	۱۶
	۰/۰۱	۰/۴۵	۰/۴۶	۱۷
	۰/۰۰	۰/۵۶	۰/۵۶	۱۸
	۰/۰۱	۰/۵۷	۰/۵۶	۱۹
	۰/۰۲	۰/۵۵	۰/۵۷	۲۰
	۰/۰۱	۰/۴۵	۰/۴۴	۲۱
	۰/۰۴	۰/۵۵	۰/۵۹	۲۲
	۰/۰۲	۰/۵۷	۰/۵۵	۲۳
	۰/۰۲	۰/۵۶	۰/۵۸	۲۴
	۰/۰۱	۰/۴۵	۰/۴۶	۲۵
	۰/۰۲	۰/۵۸	۰/۶۰	۲۶
	۰/۰۳	۰/۵۶	۰/۵۹	۲۷
	۰/۰۲	۰/۵۶	۰/۵۴	۲۸
	۰/۰۲	۰/۴۹	۰/۴۷	۲۹
	۰/۰۱	۰/۵۸	۰/۵۹	۳۰
	۰/۰۳	۰/۵۲	۰/۴۹	۳۱
	۰/۴۴	۱۶/۷۲	۱۶/۸۴	جمع
$\bar{w}/d2=0/۰۱۲۶$	۰/۰۱۴۲			متوسط

$$\sigma_{1(TO)} = 0/0133$$

x_1 آنالیز های جاری

x_2 آنالیز ثانویه در روز بعد توسط کاربر متفاوت

الف) $d_2 \sigma_{1(TO)} = 1/128 \times 0/0 = 0/0423$ = خط مرکزی

ب) حدود کنش

$$UCL = d_2 \sigma_{1(TO)} = 3/686 \times 0/0375 = 0/1382$$

$$LCL = \text{ندارد}$$

ج) حدود هشدار

$$UCL = d_2(2) \sigma_{1(TO)} = 2/834 \times 0/0375 = 0/1382$$

$$LCL = \text{هیچ}$$

۴-۲-۶ مثال ۳: بررسی پایداری صحت یک آنالیز روتین

۱-۴-۲-۶ پیش زمینه

الف) تعیین میزان خاکستر در ذغال سنگ که به صورت درصد جرم و به روش ارائه شده در ISO 1171 بیان شده است.

ب) منبع:

گزارش روزانه از آزمایشگاه یک کارخانه فولاد سازی در جوئن ۱۹۸۵

ج) شرح

در کارخانه فولاد سازی ترکیب ذغال سنگ برای تولید ذغال کوره دمشی در باطری ککی توسط یک برنامه تولید سه نوبتی تهیه می گردد.

برای کنترل کیفیت محصولات کک میزان خاکستر در ذغال سنگ (m/m) % به روش ارائه شده در ایزو ۱۱۷۱ در هر نوبت کاری آنالیز می شود. بررسی پایداری انحراف معیار دقت میانی زمان و کاربر متفاوت، از یک آنالیز جاری همان گونه که در مثال ۲ (۳-۲-۶) عنوان شد انجام می گیرد.

این مثال روش بررسی پایداری صحت آنالیز جاری با استفاده از ماده مرجع اختصاصی (۱۰.۲۹٪ میزان خاکستر) را نشان می دهد.

۴-۲-۶ داده های اصلی

هر روزه ماده مرجع اختصاصی توسط کاربری که به صورت تصادفی از میان کاربران سه نوبت انتخاب شده، آنالیز می شود. نتایج آزمون با حرف ل در جدول ۷ نمایش داده شده است.

۳-۴-۲-۶ بررسی پایداری به روش نمودار شوارت

با انجام روش نمودار شوارت بر روی داده های جدول ۷، پایداری صحت آنالیزهای متعارف بررسی شده و بزرگی اریبی نیز برآورد می شود.

در این آزمایشگاه مشخص که تحت آنالیز متعارف تحت شرایط دقت میانی زمان و کاربر متفاوت انجام می شود، انحراف معیار تکرار پذیری (s_r) نمی تواند برای بررسی اریبی استفاده شود. بنابراین s_r دقت واقعی نتایج آزمون به دست آمده در این آزمایشگاه را ارائه نمی دهد.

ترجیحا به جای انجام آزمایش برای گرفتن انحراف معیار دقت میانی زمان و کاربر متفاوت، $s_{I(TO)}$ روش نمودار گستره متحرک به عنوان یک روش ساده تر اتخاذ می گردد.

نمودار کنترل جهت استفاده از فرمول داده شده در زیر نویس جدول ۷ با جایگزینی مقادیر μ و $\sigma_{I(TO)}$ آماده شده است. نمودار شکل ۹ با نشان دادن بازه های زمانی که هر دوی اریبی و گستره ها بسیار جزئی هستند و همچنین بازه های زمانی دیگر که نتایج آزمون دیگر کمتر پایدار هستند دلائل چنین الگوهای را توجیه می کند.

۴-۴-۲-۶ بررسی پایداری به روش نمودار تجمعی

محاسبه $(H;K)$ در نمودار تجمعی برای $\hat{\delta}$ با $(4/79; 0/5)$ به صورت زیر است. (شکل ۱۰ را ملاحظه کنید).

حد بالا	حد پایین
$H = h\sigma_{I(TO)} = 4.79 \times 0.06645 = 0.318$	$-H = -0.318$
$K_1 = \mu + k\sigma_{I(TO)}$ $= 10.29 + 0.5 \times 0.06645 = 10.323$	$K_2 = \mu - k\sigma_{I(TO)}$ $= 10.29 - 0.5 \times 0.06645 = 10.257$

جدول ۷- صفحه داده های نمودار کنترل برای مثال ۳ (بند ۴-۲-۶)

۱- مشخصه کیفیت:	میزان خاکستر یک ماده مرجع اختصاصی			
۲- یکای اندازه گیری:	درصد m/m			
۳- روش آنالیز:	ایزو ۱۱۷۱			
۴- بازه زمانی:	۱۹۸۵/۶/۱ تا حدود ۱۹۸۵/۶/۳۰			
۵- آزمایشگاه:	آزمایشگاه کاری "C" کارخانه استیل			
تاریخ آنالیز	نتیجه آزمون	تخمین اریبی	گستره متحرک	شرح

	w	$\hat{\delta}$	y	(شماره زیرگروه)
	۰/۰۱	۰/۰۱	۱۰/۳۰	۱
	۰/۰۱	۰/۰۰	۱۰/۲۹	۲
	۰/۰۲	-۰/۰۱	۱۰/۲۸	۳
	۰/۰۱	۰/۰۱	۱۰/۳۰	۴
	۰/۰۰	۰/۰۰	۱۰/۲۹	۵
	۰/۰۹	۰/۰۰	۱۰/۲۹	۶
	۰/۰۸	-۰/۰۹	۱۰/۲۰	۷
	۰/۰۱	-۰/۰۱	۱۰/۲۸	۸
	۰/۰۱	۰/۰۰	۱۰/۲۹	۹
	۰/۱۰	۰/۰۰	۱۰/۲۹	۱۰
	۰/۱۰	-۰/۱۰	۱۰/۱۹	۱۱
	۰/۰۰	۰/۰۰	۱۰/۲۹	۱۲
	۰/۰۰	۰/۰۰	۱۰/۲۹	۱۳
	۰/۰۱	۰/۰۰	۱۰/۲۹	۱۴
	۰/۰۲	-۰/۰۱	۱۰/۲۸	۱۵
	۰/۰۱	۰/۰۱	۱۰/۳۰	۱۶
	۰/۰۰	۰/۰۰	۱۰/۲۹	۱۷
	۰/۰۱	۰/۰۰	۱۰/۲۹	۱۸
	۰/۰۰	-۰/۰۱	۱۰/۲۸	۱۹
	۰/۰۰	-۰/۰۱	۱۰/۲۸	۲۰
	۰/۰۳	-۰/۰۱	۱۰/۲۸	۲۱
	۰/۱۲	۰/۰۲	۱۰/۳۱	۲۲
	۰/۱۰	-۰/۱۰	۱۰/۱۹	۲۳
	۰/۰۷	۰/۰۰	۱۰/۲۹	۲۴
	۰/۰۰	۰/۰۷	۱۰/۳۹	۲۵
	۰/۰۷	۰/۰۷	۱۰/۳۶	۲۶
	۰/۰۱	۰/۰۰	۱۰/۲۹	۲۷
	۰/۰۲	۰/۰۱	۱۰/۳۰	۲۸
	۰/۰۹	-۰/۰۱	۱۰/۲۸	۲۹
		-۰/۱۰	۱۰/۱۹	۳۰
	۰/۹۹	-۰/۲۶	۳۰۸/۴۴	جمع کل
$\bar{w}/d_2=0.0302$	۰/۰۳۴۱	-۰/۰۸۶۶		میانگین
ملاحظات				

میزان خاکستر ماده مرجع اختصاصی $\mu = 10/29$

انحراف معیار به دست آمده از نتایج آزمون سه ماهه قبلی سال $\sigma_{I(TO)} = 0/06645$

$$\hat{\delta} = y - \mu$$

گستره متحرک

نمودار \bar{x} :

خط مرکزی = 0

حدهای کنش

$$UCL = +3\sigma_{I(TO)} = 0/1994$$

$$LCL = -3\sigma_{I(TO)} = -0/1994$$

حدهای هشدار

$$UCL = +2\sigma_{I(TO)} = 0/1329$$

$$LCL = -2\sigma_{I(TO)} = -0/1329$$

نمودار گستره متحرک:

$$\text{خط مرکزی} = d_2 \sigma_{I(TO)} = 1/128 \times 0/06645 = 0/07496$$

حدهای کنش

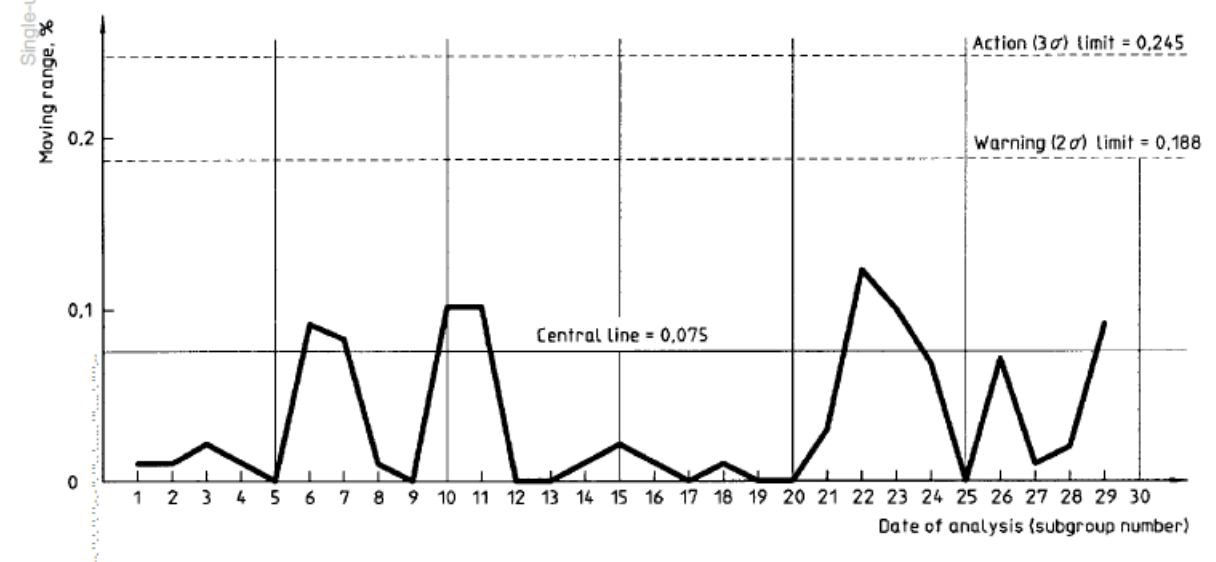
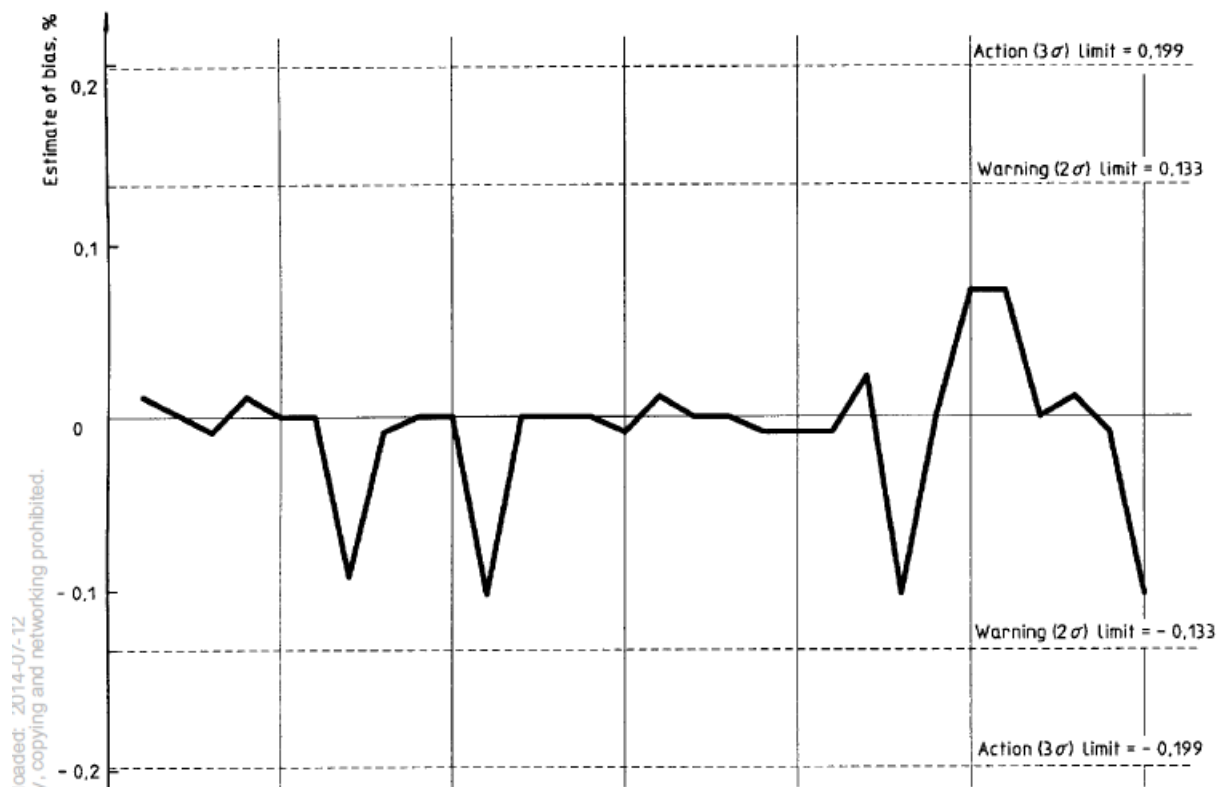
$$UCL = d_2 \sigma_{I(TO)} = 3/396 \times 0/06645 = 0/245$$

LCL = ندارد

حدهای هشدار

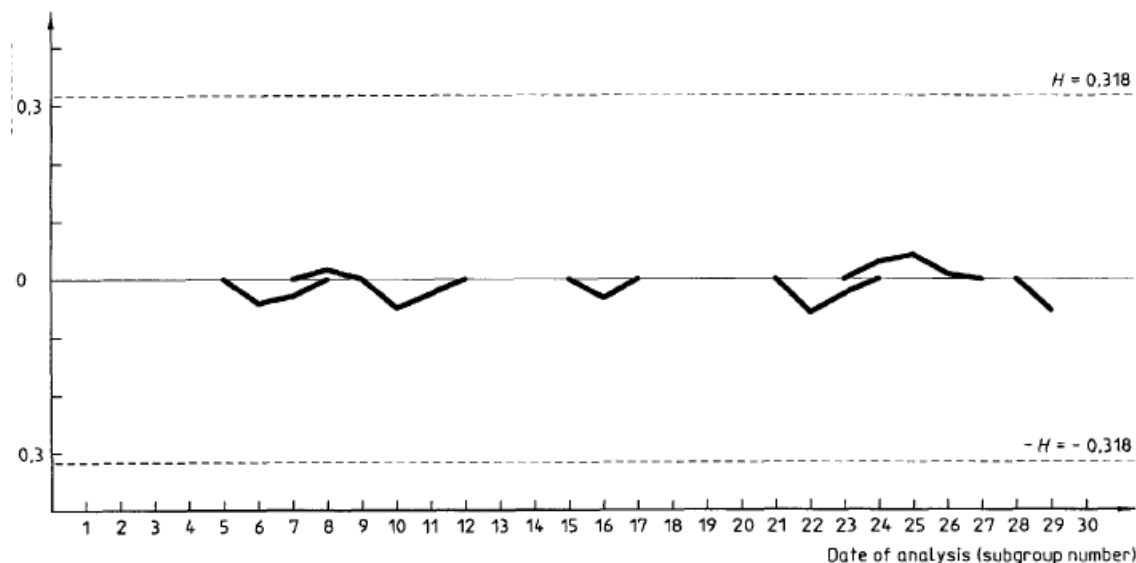
$$UCL = d_2 \sigma_{I(TO)} = 2/834 \times 0/06645 = 0/1883$$

LCL = ندارد



b)

شکل ۹- نمودار شوارت برای δ از مقدار خاکستر بر حسب درصد (m/m) از ماده مرجع اختصاصی



شکل ۱۰- نمودار تجمعی برای $\hat{\delta}$ از مقدار خاکستر بر حسب درصد (m/m) از ماده مرجع اختصاصی

۵-۲-۶ مثال ۴: مثال دیگری از بررسی پایداری صحت یک آنالیز جاری

۱-۵-۲-۶ پیش زمینه

الف) روش اندازه‌گیری: تعیین میزان آرسنیک موجود در اکسید روی به روش رنگ سنجی آرسین دی‌اتیل‌دی‌تیو کاربامات نقره^۱

ب) منبع:

کنترل کیفیت برای روش‌های تحلیلی در خبرهای استاندارد سازی ASTM شکل ۲ صفحه ۲۷ اکتبر ۱۹۷۷

۲-۵-۲-۶ داده های اصلی

به جدول ۸ مراجعه شود.

۳-۵-۲-۶ بررسی پایداری به روش نمودار شوارت

نمودار شوارت برای \bar{x} (شکل ۱۱ را ملاحظه نمایید) با استفاده از فرمول داده شده در ملاحظات جدول ۸ و با جایگزینی مقادیر تعیین شده μ و σ_T آماده شده است.

این نمودار ناپایداری موجود در نتایج آزمون را نشان می‌دهد، چرا که یک نقطه بالای حد کنش و ۲ سری از هفت یا تعداد بیشتری نتایج آزمون زیر خط مرکزی وجود دارد.

۴-۵-۲-۶ بررسی پایداری به روش نمودار تجمعی

1- Silver diethyldithiocarbamate-arsine

محاسبه (H;K) در نمودار تجمعی برای \bar{x} با $(h;k) = (4/79; 0/5)$ به صورت زیر است. (شکل ۱۲ را ملاحظه کنید)

حد بالا:	حد پایین:
$H = \frac{h\sigma_r}{\sqrt{n}} = 4.79 \times 0.167 = 0.800$	$-H = -0.800$
$K_1 = \mu + \frac{k\sigma_r}{\sqrt{n}} = 3.800_{0.5} \times 0.167 = 3.88$	$K_2 = \mu - \frac{k\sigma_r}{\sqrt{n}} = 3.800 - 0.5 \times 0.167 = 3.72$

جدول ۸- نمودار \bar{x} صفحه اطلاعات برای مثال ۴

میزان خاکستر ماده مرجع اختصاصی یک در میلیون جرمی روش اجرایی رنگ سنجی آرسین دی اتیل دی تیو کاربامات نقره				۱- مشخصه های کیفی:
				۲- یکای اندازه گیری:
				۳- روش آنالیز:
توضیحات	\bar{X}	مقدار مشاهده شده		شماره زیر گروه
		X_2	X_1	
بالای حد کنش	۳/۷۵	۳/۸۰	۳/۷۰	۱
	۳/۸۱	۳/۸۶	۳/۷۶	۲
	۳/۵۱	۳/۳۸	۳/۶۴	۳
	۳/۸۲	۳/۶۲	۴/۰۱	۴
	۳/۴۶	۳/۵۲	۳/۴۰	۵
	۳/۵۹	۳/۵۳	۳/۶۵	۶
	۳/۳۹	۳/۵۸	۳/۲۰	۷
	۴/۴۲	۴/۶۵	۴/۱۹	۸
	۳/۸۷	۳/۷۷	۳/۹۷	۹
	۳/۳۲	۳/۶۹	۲/۹۵	۱۰
	۳/۴۹	۳/۵۵	۳/۴۳	۱۱
	۳/۶۹	۳/۵۳	۳/۸۵	۱۲
	۳/۴۷	۳/۱۷	۳/۷۷	۱۳
	۳/۴۰	۳/۶۰	۳/۱۹	۱۴
	۳/۶۰	۳/۴۵	۳/۷۵	۱۵
	۳/۴۰	۳/۲۵	۳/۵۵	۱۶
	۳/۸۷	۳/۷۶	۳/۹۸	۱۷
	۳/۶۷	۳/۷۸	۳/۵۶	۱۸
	۳/۷۸	۴/۰۲	۳/۵۴	۱۹
	۳/۴۵	۳/۵۵	۳/۳۵	۲۰
در بالای حد هشدار	۳/۳۱	۳/۲۵	۳/۳۷	۲۱
	۳/۴۲	۳/۴۲	۳/۴۲	۲۲
	۳/۷۹	۳/۸۷	۳/۷۱	۲۳
	۳/۷۰	۳/۶۲	۳/۷۷	۲۴
	۳/۷۰	۳/۵۸	۳/۸۲	۲۵
	۳/۳۸	۳/۰۲	۳/۷۳	۲۶
	۳/۳۸	۳/۲۸	۳/۴۸	۲۷
	۴/۱۰	۴/۱۹	۴/۰۱	۲۸
	۳/۳۷	۳/۱۱	۳/۶۳	۲۹
	۳/۳۷	۳/۲۳	۳/۵۱	۳۰
				۳۱
			۱۰۸/۲۸	جمع کل
			۳/۶۰۹	میانگین

ملاحظات
میزان آرسنیک ماده مرجع اختصاصی

انحراف معیار در گذشته

نمودار \bar{x}

حدهای کنش

$\mu=۳/۸۰$

$\sigma_r=۰/۲۳۶\bar{x}$

خط مرکزی = ۳/۸۰

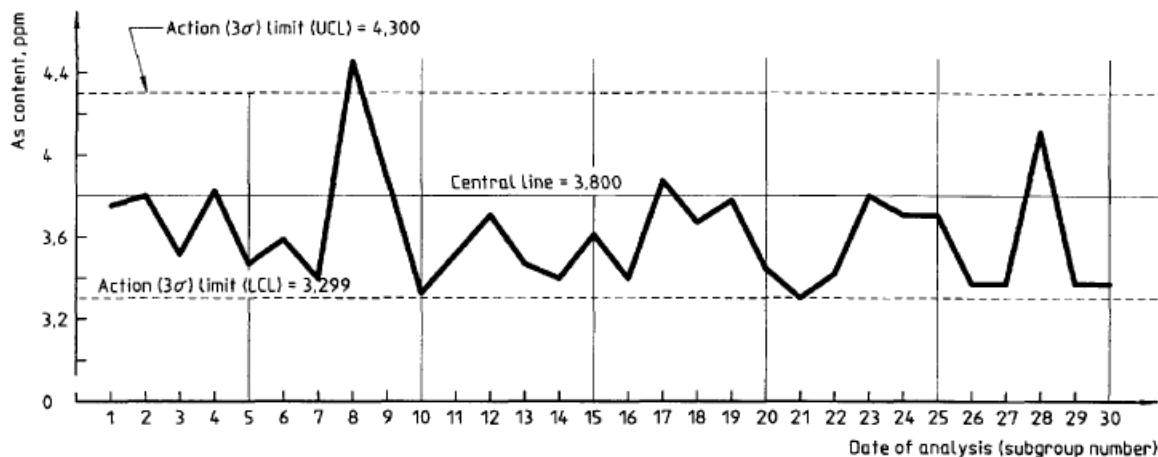
$UCL = \mu + ۳\sigma_r/\sqrt{n} = ۴/۳۰۰$

$LCL = \mu - ۳\sigma_r/\sqrt{n} = ۳/۲۹۹$

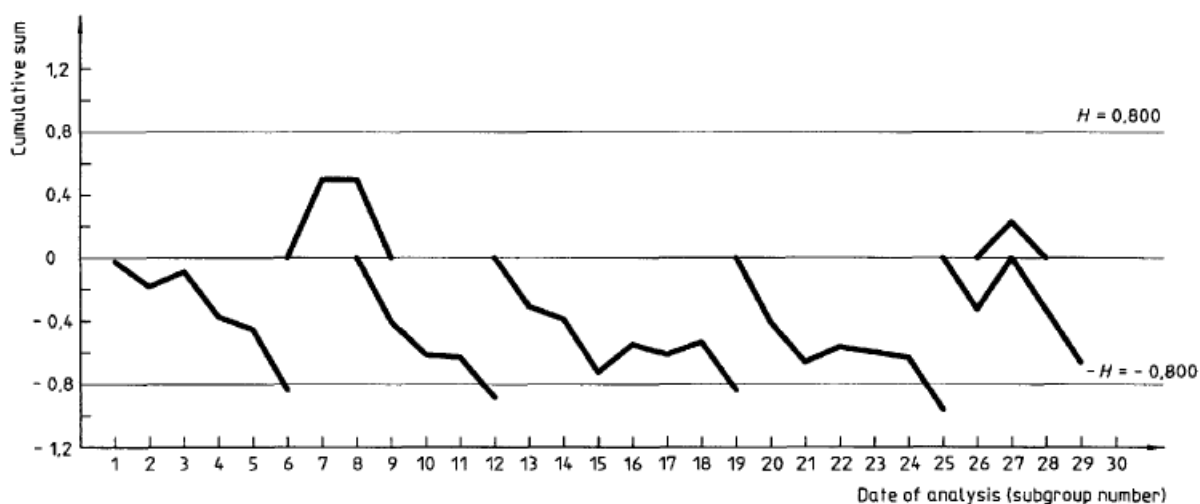
۱- مشخصه های کیفی:

۲- یکای اندازه گیری:

۳- روش آنالیز:



شکل ۱۱- نمودار شوارت برای \bar{x} مقدار آرسنیک برای روش اجرایی ارزیابی رنگ سنجی آرسین دی اتیل دی تیو کاربومات نقره برای آرسنیک در اکسید روی



شکل ۱۲- نمودار تجمعی برای \bar{x} مقدار آرسنیک برای روش اجرایی ارزیابی رنگ سنجی آرسین دی اتیل دی تیو کاربومات نقره برای آرسنیک در اکسید روی

۷ استفاده از انحراف معیار تجدید پذیری و تکرارپذیری در آزمایشگاههای ارزیاب

۱-۷ روش ارزیابی

۱-۱-۷ کلیات

این بند به توضیح ارزیابی آزمایشگاهها با توجه به تنها یک روش اندازه گیری که استانداردسازی شده و در آزمایشگاههای مختلفی استفاده می شود می پردازد. در نتیجه تخمین دقت روش مورد نظر به شکل انحراف استاندارد تجدید

پذیری و تکرارپذیری ممکن خواهد بود. این طور فرض می‌شود که این مقادیر از قبل توسط یک آزمایش دقت تعیین شده است.

سه نوع ارزیابی بسته بوجود مواد مرجع برای روش اندازه‌گیری یا وجود یک آزمایشگاه مرجع وجود دارد زمانی که مواد مرجع به تعداد کافی از یک میزان موجود باشد ارزیابی ممکن است با مشارکت تنها یک آزمایشگاه منحصر بفرد انجام گیرد. با توجه به روش اندازه‌گیری برای مواردی که مواد مرجع موجود نیست چنین ارزیابی ساده‌ای امکان پذیر نمی‌باشد. در این صورت آزمایشگاه باید با یک آزمایشگاه با کیفیت بالا که به عنوان ارائه دهنده تراز برتر قابل قبول^۱ برای ارزیابی شناخته شده است، مقایسه شود. برای ارزیابی مستمر آزمایشگاه‌ها اغلب باید تعدادی از آزمایشگاه‌ها به صورت هم زمان ارزیابی شوند. در این حالت یک آزمایش ارزیابی مشترک مفید خواهد بود.

هدف از انجام آزمایش ارزیابی مشترک مقایسه نتایج هر آزمایشگاه با آزمایشگاه دیگری است که دارای شرایط اجرایی بهبود یافته‌تری باشد.

۷-۱-۲ پیامدهای تعریف آزمایش ارزیابی مشترک

انحراف معیار تکرارپذیری یک روش اندازه‌گیری مقدار عدم قطعیت اندازه‌گیری به دست آمده تحت شرایط یکسان در یک آزمایشگاه را اندازه‌گیری می‌کند. بدین ترتیب این بیانی از دقت درون آزمایشگاهی آزمایشگاه تحت شرایط تکرارپذیری است که در قسمت اول این استاندارد تعریف شده است.

اریبی آزمایشگاه می‌تواند بلافاصله زمانی که یک مقدار واقعی از یک خاصیت اندازه‌گیری شده وجود داشته باشد تعیین شود. مانند زمانی که مواد مرجع وجود دارد وقتی که مقدار واقعی نامعلوم است اربیبی باید به طور غیر مستقیم تعیین گردد. راه دیگر، مقایسه آزمایشگاه با آزمایشگاه دیگری با اربیبی مشخص می‌باشد. بهر حال این راه حل قویا به دقت و اربیبی آزمایشگاه مرجع بستگی دارد.

در موارد آزمایش ارزیابی مشترک، تجدید پذیری تطابق بین نتایج به دست آمده در آزمایشگاه‌های متفاوت را نشان می‌دهد. در نتیجه این می‌تواند برای برآورد اربیبی هر آزمایشگاه مورد استفاده قرار گیرد. یک آزمایشگاه که انحراف سیستماتیک قابل توجهی رانشان می‌دهد زمانی که تجدید پذیری آزمایش ارزیابی تعیین می‌شود، به عنوان یک آزمایشگاه مطرود مشخص می‌شود.

در این بند این گونه فرض می‌شود که دقت روش اندازه‌گیری از قبل تعیین شده است. این به این معنی است که واریانس تکرار پذیری σ_r^2 ، واریانس بین آزمایشگاهی σ_L^2 ، واریانس تجدید پذیری σ_R^2 مشخص شده‌اند.

روش‌های بند ۷ اساساً به منظور بررسی اربیبی آزمایش می‌باشند. روش‌های بند ۶ در بررسی تکرارپذیری آزمایشگاه یا دقت میانی آن بسیار موثرترند.

^۱ - benchmark

۲-۷ ارزشیابی استفاده از یک روش اندازه‌گیری توسط آزمایشگاهی که قبلاً ارزیابی نشده است

۱-۲-۷ ارزشیابی عملکرد آزمایشگاه

معیارها و ضوابط کلی برای ارزشیابی یک آزمایشگاه را در استاندارد راهنمایی ۲۵ ملاحظه کنید. آزمایشگاه باید به عملکرد آزمایشگاهی خوبی برسد و دارای کنترل کیفیت رضایت بخشی باشد. روش‌های کنترل کیفیت داخلی قبلاً در بند ۶ شرح داده شده‌اند.

این بخش از کنترل تنها بر اساس یک بازرسی از هر آزمایشگاه در وضعیت کاری معمول آن می‌باشد. این کنترل می‌تواند به فوریت از ماده آزمون خاص و در گیر شدن سایر آزمایشگاه‌ها انجام شود.

انجام آزمایش کنترل جهت ارزشیابی کمی استفاده آزمایشگاه از روش اندازه‌گیری ضروری است. این کار می‌تواند هم به صورت درون آزمایشگاهی با استفاده از ماده مرجع (به بند ۷-۳ مراجعه شود) و هم به وسیله مقایسه با یک آزمایشگاه خوب انجام شود. (بند ۷-۲-۴ را ملاحظه کنید).

۲-۲-۷ بررسی‌های کلی درباره آزمایشات کنترلی

در زمان طراحی یک آزمایش کنترل سوالات زیر باید در نظر گرفته شود:

الف) آزمایش در چه سطوحی (q) باید انجام شود؟ این نکته در استاندارد ملی ایران شماره ۱-۷۴۴۲ در نظر گرفته شده است.

ب) در هر سطح چند بار (n) تکرار باید انجام شود؟

در مورد آزمایش‌های ارزیابی مشترک:

ج) چه تعداد آزمایشگاه (p) در این کار مشارکت می‌کنند؟

در زمان طراحی آزمایش، زیر بند ۶-۱ در بخش یک این استاندارد و همچنین بندهای ۵ و ۶ استاندارد ملی ایران شماره ۲-۷۴۴۲ باید در نظر گرفته شوند.

برای تضمین اینکه با ماده آزمون به همان روش همیشگی با عملکرد معمول در آن آزمایشگاه رفتار می‌شود و رفتار خاصی روی آن صورت نمی‌گیرد، ماده آزمون باید به صورت بدون نام به آزمایشگاه ارسال شود.

۳-۲-۷ روش اندازه‌گیری برای مواردی که مواد مرجع وجود داشته باشند

۱-۳-۲-۷ کلیات

۱-۱-۳-۲-۷ زمانی که مواد مرجع وجود داشته باشند ارزیابی ممکن است در یک آزمایشگاه واحد انجام شود. از آنجا که دقت روش مشخص شده است، مقدار شناخته شده انحراف معیار تکرارپذیری هنگامی استفاده می‌شود که ارزیابی دقت داخلی انجام می‌شود در حالی که ارزیابی با مقایسه نتایج آزمون با مقدار مرجع تعیین می‌شود.

گاهی معرفی یک اریبی قابل شناسایی آزمایشگاهی Δ_m به عنوان مقدار حداقل اریبی آزمایشگاه که آزمایشگر خواستار شناسایی آن از بین نتایج آزمون با احتمال بالاست، مناسب خواهد بود.

۲-۱-۳-۲-۷ انجام آزمایش‌های مکرر در آزمایشگاه جهت ارزیابی دقت داخلی ضروری است. پس از ملاحظاتی که در بند ۲-۲-۷ ذکر شد ماده آزمون در (q) سطح ارسال می‌شود و n تکرار از آزمایش در هر سطح انجام می‌شود. در زمان ارزیابی نتایج روش داده شده در بند ۷ قسمت دوم این استاندارد استفاده می‌کنید. در زمان ارزیابی دقت میانی انحراف معیار درون سلولی S_r با انحراف معیار تکرار پذیری شناخته شده مقایسه می‌شود. معیار مورد پذیرش به صورت زیر است.

$$\frac{S_r^2}{\sigma_r^2} < \chi^2_{(1-\alpha)}(v)/v \quad (1)$$

که در آن $\chi^2_{(1-\alpha)}(v)$ چندک $(1 - \alpha)$ تابع توزیع χ^2 با $v = n-1$ درجه آزادی می‌باشد. سطح اهمیت α ، ۰.۰۵ فرض شود مگر اینکه عدد دیگری قرار داده شده باشد.

این رابطه باید برای حدود ۹۵ درصد از سطوح q معتبر باشد. چون به طور معمول q نسبتاً کوچک است این به این معنی است که معیار (۱) در همه سطوح q برای آزمایشگاه باید معتبر باشد.

۲-۱-۳-۲-۷ در هنگام ارزیابی اریبی \bar{y} متوسط برای هر سطح با مقدار مرجع μ مربوطه مقایسه می‌شود. از آن جایی که

$$s_{(\bar{y})}^2 = s_L^2 + \frac{1}{n} s_r^2 = s_R^2 - s_r^2 \frac{(n-1)}{n} \quad (2)$$

معیار پذیرش به صورت ذیل است

$$|\bar{y} - \mu| < 2 \sqrt{\sigma_R^2 - \sigma_r^2 \frac{(n-1)}{n}} \quad (3)$$

معیار پذیرش (۳) در هر سطح q باید معتبر باشد.

معیار پذیرش (۳) وقتی که $n=2$ باشد ، به مقدار زیر کاهش می‌یابد.

$$|\bar{y} - \mu| < 2 \sqrt{\sigma_R^2 - \frac{\sigma_r^2}{2}}$$

(۴)

در حالت یک اریبی قابل شناسایی معیار پذیرش دیگری به صورت زیر معرفی می شود.

$$|\bar{y} - \mu| < \Delta_m/2$$

(۵)

۲-۲-۳-۲-۷ تعیین میزان سیمان موجود در بتن

۱-۲-۳-۲-۷-۲ پیش زمینه

میزان سیمان به این دلیل مهم است که بر روی دوام و ماندگاری بتن تاثیر می گذارد و اغلب یک مشخصه برای بتن شامل یک مقدار حداقل برای میزان سیمان است. میزان سیمان را می توان با اندازه گیری میزان کلسیم نمونه های سیمانی و سنگ دانه ها و همچنین اندازه گیری نمونه های بتنی تعیین کرد. برای ارزیابی آزمایشگاه، آماده سازی نمونه های بتنی از میزان سیمان شناخته شده امکان پذیر است.

برای ارزیابی ۶ آزمایشگاه، نمونه های مرجع با میزان سیمان 425 kg/m^3 آماده سازی شده بود. در هر آزمایشگاه دو آزمون تعیین میزان اجرا شد.

۲-۲-۳-۲-۷-۲ داده های اصلی

جدول ۹ را مشاهده کنید انحراف معیارهای استاندارد تجدید پذیری و تکرار پذیری به صورت زیر هستند.

$$\sigma_r = 16$$

$$\sigma_R = 25$$

جدول ۹- میزان سیمان در بتن

آزمایشگاه	مقادیر مشاهده شده	
	y_{i1}	y_{i2}
۱	۴۰۶	۴۳۱
۲	۴۴۳	۴۵۵
۳	۳۵۷	۴۳۱
۴	۵۰۲	۴۸۶
۵	۴۳۴	۴۵۶
۶	۳۵۲	۳۹۹

۳-۲-۳-۲-۷ محاسبه میانگین های سلولی و گستره ها

جدول ۱۰ را مشاهده کنید.

جدول ۱۰ - میانگین های سلولی و گستره ها

گستره	میانگین سلولی	آزمایشگاه
۲۵	۴۱۸.۵	۱
۱۲	۴۴۹	۲
۴۴	۴۰۹	۳
۱۶	۴۹۴	۴
۲۲	۴۴۵	۵
۴۷	۳۷۵.۵	۶

۴-۲-۳-۲-۷ ارزیابی دقت درون آزمایشگاهی

گستره های موجود در جدول ۱۰ با انحراف معیار تکرارپذیری با استفاده از فرمول زیر محاسبه می شوند:

$$\frac{(y_{i1} - y_{i2})^2}{2\sigma_r^2} \leq \chi_{(1-\alpha)}^2(\nu)$$

هنگامی که $\chi_{0.95}^2(1) = 3.841$ ، $\nu = 1$ و $\alpha = 0.05$

آزمایشگاه شماره ۶ با میزان انحراف داده شده به صورت زیر :

$$(y_{6.1} - y_{6.2})^2 = 2209 \text{ و مقدار آزمون } 4.31$$

۵-۲-۳-۲-۷ ارزیابی اریبی

رابطه (۴) برای معیار پذیرش آنچه در زیر آمده استرا به دست می دهد:

$$|\bar{y} - 425| < 44.59$$

برای آزمایشگاه شماره ۴ مقدار واقعی آزمون عبارت است از $|\bar{y}_4 - 425| = 69$

برای آزمایشگاه شماره ۶ مقدار واقعی آزمون عبارت است از $|\bar{y}_6 - 425| = 50.5$

بنابراین هر دو آزمایشگاه دارای اریبی نا مطلوبی هستند.

۴-۲-۷ روش اندازه گیری برای موردی که هیچ ماده مرجعی موجود نیست

۱-۴-۲-۷ زمانی که هیچ ماده مرجعی در دسترس نیست، ارزیابی باید از طریق مقایسه با آزمایشگاه کیفیت بالا انجام شود. به منظور دستیابی به یک نتیجه قابل اعتماد در آزمایشگاه جدید، پیدا کردن آزمایشگاهی که با اربیی و دقت مطلوب فعالیت کند ضروری است.

همان گونه که در موارد دارای مواد مرجع عنوان شد، معرفی یک اختلاف قابل شناسایی λ بین اربیی های دو آزمایشگاه مناسب می باشد. که این به عنوان مقدار حداقل اختلاف بین مقادیر قابل انتظار نتایج به دست آمده به وسیله دو آزمایشگاه که آزمون گر خواستار شناسایی با بیشترین احتمال است تعریف می شود.

۲-۴-۲-۷ مواد آزمون همان گونه که در بند ۲-۱-۳-۲-۷ آمده است به دو آزمایشگاه فرستاده می شود. و دقت داخلی در هر آزمایشگاه به طور مشابه ارزیابی می گردد. ترجیحا هر دو آزمایشگاه باید تعداد اندازه گیری یکسانی (n) در هر سطح به دست می دهند.

۳-۴-۲-۷ هنگام ارزیابی اربیی روش اندازه گیری، δ میانگین حسابی در هر سطح از دو آزمایشگاه مقایسه می شود. به طور کلی n_1 را تعداد نتایج آزمون از آزمایشگاه اول و n_2 را تعداد نتایج آزمون از آزمایشگاه دوم در نظر بگیرید. از آن جایی که:

$$s_{(\bar{y}(1)-\bar{y}(2))}^2 = 2\sigma_L^2 + \sigma_r^2\left(\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}\right) \quad (۴)$$

$$= 2\left[\sigma_R^2 - \sigma_r^2\left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)\right]$$

معیار پذیرش به صورت زیر است:

$$|\bar{y}_1 - \bar{y}_2| \leq 2\sqrt{2} \sqrt{\sigma_R^2 - \sigma_r^2 \left[1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right]} \quad (۷)$$

معیار پذیرش (۷) باید در هر سطح (q) معتبر باشد.

وقتی که $n_1 = n_2 = 2$ معیار (۷) به مقدار زیر کاهش می یابد.

$$|\bar{y}_1 - \bar{y}_2| \leq 2\sqrt{2} \sqrt{\sigma_R^2 - \frac{\sigma_r^2}{2}} \quad (۸)$$

۳-۷ ارزیابی مستمر از آزمایشگاه هایی که قبلا تایید شده اند.

۱-۳-۷ ملاحظات کلی آزمایشات کنترل مستمر

تضمین اینکه یک آزمایشگاه تایید شده همپنان عملکرد رضایت بخش داشته باشد نیازمند ارزیابی مستمر می باشد که باید با سرکشی های بازرسی یا با مشارکت در آزمایش های ارزیابی انجام شود. از آنجا که عامل های متغیری مثل عامل - های امنیتی، اقتصادی و فنی در تصمیم گیری در این مورد مشارکت دارند هیچ قانون سریعی برای بیان اینکه هر چند وقت یکبار ارزیابی انجام شود نمی توان وضع کرد. مقام مسئول باید بسته به موقعیت راجع به تعداد دفعات بازرسی تصمیم گیری کند.

ارزیابی‌های مستمر اغلب شرایطی ایجاد می‌کنند که تعداد زیادی آزمایشگاه باید به طور هم زمان ارزیابی شوند در چنین موقعیتی، مقایسه با آزمایشگاه کیفیت بالا توصیه نمی‌شود زیرا حتی بهترین آزمایشگاه نیز خودش باید بررسی شود. در این وضعیت انجام یک آزمایش ارزیابی مشترک ضروری است.

۲-۳-۷ ارزیابی عملکرد آزمایشگاه

عملکرد آزمایشگاه با استفاده از سرکشی‌های بازرسی همان گونه که در بند ۱-۲-۷ تشریح شد ارزیابی می‌شود.

۳-۳-۷ روش اندازه‌گیری برای مواردی که مواد مرجع وجود دارند

روش شرح داده شده در قسمت ۴ این استاندارد می‌تواند برای ارزیابی مستمر بکار برده شود.

۴-۳-۷ روش اندازه‌گیری برای مواردی که مواد مرجع وجود ندارد.

۱-۴-۳-۷ کلیات

۱-۱-۴-۳-۷ در مواردی که مواد مرجع در دسترس نیستند ارزیابی هر آزمایشگاه بر پایه آزمایش ارزیابی مشترک با مشارکت چندین آزمایشگاه استوار است.

طراحی یک آزمایش ارزیابی بسیار شبیه طراحی آزمایش دقت است، بنابراین بسیاری از ملاحظات ذکر شده در قسمت‌های یک و دو این استاندارد بکار گرفته می‌شوند. هدف ارزیابی تک‌تک آزمایشگاه‌هاست به طوری که انتخاب تعداد تکرارها در هر سطح شبیه به موقعیتی است که تنها یک آزمایشگاه ارزیابی می‌شود همان گونه که در بند ۷-۲-۲ شرح داده شد.

از آن جایی که هدف ارزیابی است ممکن است به نسبت آزمایش دقت تعداد آزمایشگاه‌های کمتری در این امر شرکت کنند. یک روش مشخص برای انجام انحصاری آزمایش با مشارکت ملی باید وجود داشته باشد. این موضوع که کاهش تعداد، انحراف سیستماتیک را کاهش نمی‌دهد بسیار مهم است، در چنین مواردی ریسک عدم توانایی برای کنار گذاشتن یک آزمایشگاه کنار گذاشته شده افزایش می‌یابد.

۲-۱-۴-۳-۷ بعد از ملاحظات ذکر شده در بند ۲-۲-۷ ماده آزمون به آزمایشگاه‌های p در سطوح q فرستاده می‌شوند و n اندازه‌گیری در هر سطح انجام می‌شود. در زمان ارزیابی نتایج روش داده شده در بند ۷ قسمت دوم این استاندارد استفاده می‌شود. به دلیل فقدان احتمالی نتایج آزمون اندازه‌گیری یا نتایج آزمون اندازه‌گیری اضافی تعداد متغیر در سلول ممکن است به دست آید.

دقت داخلی برای هر آزمایشگاه همان گونه که در بند ۶ شرح داده شد ارزیابی می‌گردد.

۳-۱-۴-۳-۷ برای ارزیابی کلی آریبی‌ها واریانس تجدیدپذیری در هر سطح محاسبه می‌شود (به بند ۷-۵ از قسمت دوم این استاندارد مراجعه شود)

$$s_R^2 = s_L^2 + s_r^2 \quad (9)$$

از آن جایی که

$$s_L^2 = \left\{ \frac{1}{p-1} [\sum_{i=1}^p n_i (\bar{y}_i - \bar{y})^2] - s_r^2 \right\} / \bar{n} \quad (10)$$

و

$$\bar{n} = \frac{1}{p} \sum_{i=1}^p n_i \quad (11)$$

واریانس بین آزمایشگاهی s_L^2 با واریانس بین آزمایشگاهی مشخص شده σ_L^2 مقایسه می‌شود معیار پذیرش به صورت زیر است

$$\frac{\bar{n}s_L^2 + s_r^2}{\bar{n}\sigma_L^2 + \sigma_r^2} \leq \frac{\chi_{(1-\alpha)}^2(v)}{v} \quad (12)$$

که در آن $\chi_{(1-\alpha)}^2(v)$ چندک $(1-\alpha)$ تابع توزیع χ^2 با $v = p-1$ درجه آزادی می‌باشد. مگر اینکه به خلاف آنچه بیان شد α ، 0.05 فرض شود.

اگر معیار پذیرش (12) معتبر باشد واریانس بین آزمایشگاهی s_L^2 قابل قبول است و می‌توان چنین نتیجه گرفت که همه آزمایشگاه‌ها نتایج درست کافی را در سطح مورد سوال به دست آورده‌اند.

هنگامی که معیار معتبر نباشد مشاهدات غیر قابل قبول بیشتری با محاسبه آزمون آماری گراب یافت می‌شود سپس نتایج آزمایشگاه مورد بحث حذف می‌شوند و واریانس مجدداً برای $p-1$ آزمایشگاه باقی مانده تخمین زده می‌شود.

چنانچه واریانس اصلاح شده معیار (12) را تکمیل کند $p-1$ آزمایشگاه تایید می‌گردد. در غیر این صورت آزمون آماری گراب مجدداً محاسبه می‌شود و این روش در صورت نیاز چندین بار تکرار می‌شود. همان‌گونه که در قسمت دوم این استاندارد ذکر شد آزمون آماری گراب برای کاربردهای تکراری مناسب نیست. در نتیجه وجود تعدادی از آزمایشگاه کنار گذاشته شده موجب بازرسی همه داده‌ها در همه سطوح می‌شود. اگر آزمایشگاه‌های مشابه در چندین سطح انحراف داشته باشند می‌توان چنین نتیجه گرفت که این آزمایشگاه‌ها با یک اریبی بسیار بالا کار می‌کنند. اگر انحراف معیارها تنها در یک سطح واحد قابل مشاهده باشند دلیل خوبی برای امتحان ماده آزمون به منظور بررسی بی‌نظمی‌ها وجود خواهد داشت. اگر انحراف معیارها در سطوح متغییر برای آزمایشگاه‌های مختلف اتفاق بیفتد انحراف معیارها احتمالاً ممکن است به دلیل نقص در آزمایش ارزیابی بوجود آمده باشند. بنابراین در صورت امکان، آزمون هر بخش از آزمون ارزیابی بحرانی به صورت مجزا به منظور یافتن توضیحات، ضروری خواهد بود.

آزمایشگاهی که کنار گذاشته شناخته می‌شود (چه مربوط به دقت داخلی باشد و چه مربوط به اریبی) باید از نتایج آزمایش‌ها مطلع شود و باید از نظر روش شناسی جهت ارتقاء عملکرد آزمایشگاه بررسی شود.

۷-۳-۴-۱-۴ مواد آزمون مختلفی باید در آزمایش‌های ارزیابی متوالی استفاده شود چرا که آزمایشگاه‌ها هنگام کار روی یک ماده آزمون خاص نمی‌توانند دقت فوق‌العاده خوبی ایجاد کنند. همان‌گونه که در بند ۷-۲-۲ ذکر شد برای تضمین اینکه اندازه‌گیری‌ها با روال معمول آزمایشگاه انجام شوند ماده باید بدون نام به آزمایشگاه ارسال گردد.

اگر یک آزمایش ارزیابی نتایجی را به دست دهد که نسبت به آزمایشات قبلی انحراف قابل ملاحظه‌ای داشته باشند جهت پیدا کردن توضیحات احتمالی برای این مشاهدات دور از انتظار، تحلیل تمامی اطلاعات در دسترس ضروری است.

۷-۳-۴-۲ مثال: آنالیز میزان قلیائیت آب

۷-۳-۴-۲-۱ پیش زمینه

برای کنترل کیفیت آب، آنالیزهای شیمیایی آب در بسیاری از آزمایشگاه‌ها انجام می‌شود. این آزمایشگاه‌ها برای تایید شدن باید به طور مکرر ارزیابی شوند. در این مثال تعیین قلیائیت کل در نظر گرفته می‌شود. روش کار تیتراسیون پتانسیومتری است. در این وضعیت هیچ‌گونه ماده مرجعی وجود ندارد به همین دلیل ارزیابی باید از طریق یک آزمایش ارزیابی صورت پذیرد. ۱۸ آزمایشگاه در این آزمایش شرکت می‌کنند که در هر یک دو سطح در نظر گرفته می‌شود و در هر سطح دو تعیین انجام می‌شود.

۷-۳-۴-۴ داده‌های اصلی

جدول ۱۱ رامشاهده کنید.

جدول ۱۱- قلیائیت آب

سطح		آزمایشگاه	سطح		آزمایشگاه
۲	۱		۲	۱	
۵/۵۲۰	۲/۱۷۰	۱۰	۵/۲۵۰	۲/۰۴۰	۱
۵/۳۳۰	۲/۲۰۰		۵/۳۰۰	۲/۰۴۰	
۴/۹۹۰	۱/۹۸۰	۱۱	۵/۴۶۰	۲/۱۰۰	۲
۵/۰۲۰	۱/۹۴۰		۵/۴۶۰	۲/۱۱۰	
۵/۳۴۰	۲/۱۲۰	۱۲	۵/۲۴۰	۲/۰۷۰	۳
۵/۳۳۰	۲/۱۱۰		۵/۲۰۰	۲/۰۷۰	
۵/۳۳۰	۲/۱۶۰	۱۳	۵/۳۰۸	۲/۰۷۰	۴
۵/۴۲۰	۲/۱۵۰		۵/۲۹۲	۲/۰۹۰	
۵/۳۳۰	۲/۰۵۰	۱۴	۵/۸۵۰	۲/۷۴۰	۵
۵/۳۳۰	۲/۰۷۰		۵/۸۵۰	۲/۶۱۰	
۵/۳۸۷	۲/۰۷۰	۱۵	۵/۳۰۵	۲/۰۸۶	۶
۵/۳۳۵	۲/۰۵۶		۵/۳۲۵	۲/۱۸۲	

۵/۲۱۰	۲/۰۱۰	۱۶	۵/۲۹۶	۲/۱۲۸	۷
۵/۳۳۰	۲/۰۳۰		۵/۳۴۶	۲/۰۷۶	
۵/۳۰۰	۲/۰۶۶	۱۷	۵/۳۴۰	۲/۰۶۰	۸
۵/۲۸۰	۲/۰۷۰		۵/۳۴۰	۲/۰۸۰	
۵/۳۰۰	۲/۰۶۰	۱۸	۵/۳۱۰	۲/۰۶۰	۹
۵/۲۸۰	۲/۰۷۰		۵/۳۰۰	۲/۰۸۰	

۳-۲-۴-۳-۷ محاسبه میانگین‌های سلولی و گستره‌ها

میانگین‌های سلولی در جدول ۱۲ و گستره‌ها در جدول ۱۳ داده شده‌اند.

جدول ۱۲- میانگین سلولی جدول ۱۱

سطح		آزمایشگاه
۲	۱	
۵/۲۷۵	۲/۰۴۰	۱
۵/۴۶۰	۲/۱۰۵	۲
۵/۲۲۰	۲/۰۷۰	۳
۵/۳۰۰	۲/۰۸۰	۴
۵/۸۵۰	۲/۶۷۵	۵
۵/۳۱۵	۲/۱۳۴	۶
۵/۳۲۱	۲/۱۰۲	۷
۵/۳۴۰	۲/۰۷۰	۸
۵/۳۰۵	۲/۰۷۰	۹
۵/۴۲۵	۲/۱۸۵	۱۰
۵/۰۰۵	۱/۹۶۰	۱۱
۵/۳۳۵	۲/۱۱۵	۱۲
۵/۳۷۵	۲/۱۵۵	۱۳
۵/۳۳۰	۲/۰۶۰	۱۴
۵/۳۶۱	۲/۰۶۳	۱۵
۵/۲۷۰	۲/۰۲۰	۱۶
۵/۲۹۰	۲/۰۶۸	۱۷

۵/۲۹۰	۲/۰۶۵	۱۸
-------	-------	----

جدول ۱۳- میانگین سلولی جدول ۱۱

سطح		آزمایشگاه
۲	۱	
۰/۰۵۰	۰/۰۰۰	۱
۰/۰۰۰	۰/۰۱۰	۲
۰/۰۴۰	۰/۰۰۰	۳
۰/۰۱۶	۰/۰۲۰	۴
۰/۰۰۰	۰/۱۳۰	۵
۰/۰۲۰	۰/۰۹۶	۶
۰/۰۶۵۰	۰/۰۵۲	۷
۰/۰۰۰	۰/۰۲۰	۸
۰/۰۱۰	۰/۰۲۰	۹
۰/۱۹۰	۰/۰۳۰	۱۰
۰/۰۳۰	۰/۰۴۰	۱۱
۰/۰۱۰	۰/۰۱۰	۱۲
۰/۰۹۰	۰/۰۱۰	۱۳
۰/۰۰۰	۰/۰۲۰	۱۴
۰/۰۵۲	۰/۰۱۴	۱۵
۰/۱۲۰	۰/۰۲۰	۱۶
۰/۰۲۰	۰/۰۰۴	۱۷
۰/۰۲۰	۰/۰۱۰	۱۸

مقادیر از قبل تعیین شده انحراف معیار تکرارپذیری و تجدیدپذیری در دو سطح به صورت زیر است:

$$\sigma_{r1} = 0.023$$

$$\sigma_{r2} = 0.027$$

$$\sigma_{R1} = 0.045$$

$$\sigma_{R2} = 0.052$$

۷-۳-۴-۲-۴ ارزیابی دقت داخلی

گستره‌ها در جدول ۱۳ با انحراف معیار تکرارپذیری با استفاده از فرمول زیر مقایسه می‌شود:

$$\frac{w_{ij}^2}{2\sigma_{ij}^2} < \chi_{(1-\alpha)}^2(v)/v$$

$$\chi_{0.95}^2(v)/v = 3.841, v = 1 \text{ و } \alpha = 0.05$$

برای مرحله ۱، آزمایشگاه‌های زیر که با این معیار انحراف داشته‌اند پیدا می‌شوند:

$$\text{آزمایشگاه ۵: } w^2 = 0.0169 \quad \text{مقدار آزمون} = 15.974$$

$$\text{آزمایشگاه ۶: } w^2 = 0.009216 \quad \text{مقدار آزمون} = 8.711$$

برای مرحله ۲، آزمایشگاه‌های زیر که با این معیار انحراف داشته‌اند پیدا می‌شوند:

$$\text{آزمایشگاه ۱۰: } w^2 = 0.0361 \quad \text{مقدار آزمون} = 24.76$$

$$\text{آزمایشگاه ۱۳: } w^2 = 0.0081 \quad \text{مقدار آزمون} = 5.55$$

$$\text{آزمایشگاه ۱۶: } w^2 = 0.0144 \quad \text{مقدار آزمون} = 9.88$$

۷-۳-۴-۲-۵ ارزیابی آریبی

واریانس بین آزمایشگاهی از جدول ۱۲ با استفاده از فرمول زیر محاسبه می‌شود.

$$s^2 = \frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^p n_i (\bar{y}_i - \bar{y})^2 = \bar{n}s_L^2 + s_r^2$$

برای سطح ۱، مقادیر زیر به دست می‌آیند:

$$n\sigma_L^2 + \sigma_r^2 = n\sigma_R^2 - (n-1)\sigma_r^2 = 0.003521$$

$$s^2 = 0.04436$$

$$\text{مقدار آزمون} = 12.60$$

$$\frac{\chi_{(1-\alpha)}^2(v)}{v} = 1.623, v = 17 \text{ و } \alpha = 0.05$$

دور افتاده‌ترین مقدار برای آزمایشگاه شماره ۵ به دست آمده است.

مقدار آزمون گراب برای آزمایشگاه شماره ۵ عبارتست از

$$G = \frac{2.675 - 2.1132}{0.1489} = 3.77$$

این مقدار با مقدار ۵ درصد بحرانی در بند ۹ قسمت دوم این استاندارد مقایسه می‌شود. برای $p=18$ این مقدار ۲.۶۵۱

است. محاسبات با نتایج حذف شده از آزمایشگاه شماره ۵ می‌شود:

$$s^2 = 0.005357$$

$$\text{مقدار آزمون} = 1.521$$

با $\alpha = 0.05$ و $\nu = 16$ ، $\frac{\chi^2_{(1-\alpha)}(\nu)}{\nu} = 1.644$. در نتیجه تمامی آزمایشگاه‌ها غیر از آزمایشگاه شماره ۵ نتایج درست و قابل پذیرش در مرحله اول به دست آورده‌اند.
در سطح ۲ ، مقادیر زیر به دست آمده است:

$$n\sigma_L^2 + \sigma_r^2 = 0.004679$$

$$s^2 = 0.05034$$

$$\text{مقدار واقعی آزمون} = 10.758$$

$$\text{با } \alpha = 0.05 \text{ و } \nu = 17 \text{ ، } \frac{\chi^2_{(1-\alpha)}(\nu)}{\nu} = 1.623$$

دور افتاده ترین مقدار برای آزمایشگاه شماره ۵ به دست آمده است.
مقدار آزمون گراب برای آزمایش شماره ۵ برابر است با

$$G = \frac{5.85 - 5.3370}{0.1586} = 3.235$$

مقدار ۵ درصد بحرانی برای $p = 17$ برابر است با ۲.۶۵۱

محاسبات با نتایج حذف شده از آزمایشگاه شماره ۵ نتیجه می‌دهد:

$$s^2 = 0.01867$$

$$\text{مقدار واقعی آزمون} = 3.990$$

$$\text{با } \alpha = 0.05 \text{ و } \nu = 16 \text{ ، } \frac{\chi^2_{(1-\alpha)}(\nu)}{\nu} = 1.644$$

دور افتاده ترین مقدار برای آزمایشگاه شماره ۱۱ به دست آمده است.
مقدار آزمون گراب برای آزمایشگاه شماره ۱۱ عبارتست از

$$G = \frac{5.005 - 5.3069}{0.09661} = -3.125$$

مقدار ۵ درصد بحرانی برای $p = 17$ برابر است با ۲.۶۲۰

محاسبات با نتایج حذف شده از آزمایشگاه شماره ۱۱ نتیجه می‌دهد:

$$s^2 = 0.00700$$

$$\text{مقدار واقعی آزمون} = 1.496$$

$$\text{با } \alpha = 0.05 \text{ و } \nu = 15 \text{ ، } \frac{\chi^2_{(1-\alpha)}(\nu)}{\nu} = 1.666$$

در نتیجه تمام آزمایشگاه‌ها به جز شماره ۵ و شماره ۱۱ نتایج درست و قابل قبولی در مرحله ۲ به دست آوردند.

۷-۳-۴-۲-۶ نتیجه گیری‌ها

آزمایش ارزیابی نشان می‌دهد که آزمایشگاه‌های متعددی با دقت داخلی غیر مطلوب در حال فعالیت هستند. این آزمایشگاه‌ها، آزمایشگاه‌های شماره ۵ ، ۶ ، ۱۰ ، ۱۳ و ۱۶ هستند. دو آزمایشگاه اریبی قابل ملاحظه‌ای در یک یا هر

دو سطح نشان می‌دهند این آزمایشگاه‌ها آزمایشگاه‌های شماره ۵ و ۱۱ هستند. باید به همه آزمایشگاه‌های دارای انحراف درباره نتایج اطلاع رسانی شود.

۸ مقایسه روش‌های اندازه‌گیری جایگزین

۱-۸ اصل روش‌های اندازه‌گیری جایگزین

یک روش استاندارد بین‌المللی روش اندازه‌گیری است که یک فرآیند استانداردسازی جهت برآورده ساختن الزامات مختلف ایجاد کند. در میان این الزامات موارد زیر وجود دارند

الف) باید برای گستره وسیعی از سطوح مشخصه‌ها قابل استفاده باشد به طوری که شامل بیشتر موادی که در سطح بین‌المللی داد و ستد می‌شوند باشد. برای مثال یک روش تعیین میزان کلی آهن در سنگ معدن آهن باید برای تعداد زیادی از سنگ معدن‌های بین‌المللی تجاری کاربری داشته باشد.

ب) تجهیزات، معرف‌ها و کارکنان براساس یک مبنای بین‌المللی باید در دسترس باشند.

ج) هزینه اجرای اندازه‌گیری باید قابل قبول باشد.

د) دقت و صحت روش اندازه‌گیری باید برای کاربران نتایج، قابل قبول باشد.

معمولا این روش‌ها توافق‌هایی هستند که ممکن است جهت کاربرد برای کار جاری خسته کننده باشند. یک آزمایشگاه مشخص ممکن است روش ساده‌تری را بیابد که برای نیازهای او کافی باشد. برای مثال در حالتی که اکثر موادی که باید اندازه‌گیری شوند از یک منبع یکسان بیایند و تغییر پذیری در مشخصه‌ها آن‌ها بسیار کوچک باشد ممکن است یک روش کم هزینه‌تر کافی باشد.

برخی روش‌های اندازه‌گیری ممکن است به دلیل مسائل تاریخی در برخی مناطق مشخص بیشتر ترجیح داده شود. در این مورد، ممکن است یک روش استاندارد بین‌المللی جایگزین مطلوب باشد.

مقایسه شرح داده شده در این بند بر اساس نتایج به دست آمده از یک نمونه آزمون می‌باشد. قویا توصیه می‌شود که بیشتر از یک نمونه آزمون باید برای مقایسه صحت و درستی دو روش اندازه‌گیری استفاده شود. تعداد نمونه‌های آزمون مورد نیاز به عوامل گوناگونی بستگی دارد مانند گستره سطح مشخصه‌های مورد نظر، حساسیت روش‌های اندازه‌گیری برای تغییر در ترکیب نمونه‌ها و غیره.

۲-۸ هدف مقایسه روش‌های اندازه‌گیری

۲-۸-۱ زیر بند ۲-۸ روشی برای مقایسه دقت و صحت دو روش اندازه‌گیری که یکی از آن‌ها (روش الف) یک روش استاندارد بین‌المللی یا یک نامزد اولیه برای روش استاندارد بین‌المللی می‌باشد، را شرح می‌دهد. این زیر بند شواهدی دال بر اینکه دو روش دارای دقت و یا صحت متفاوتی هستند، را ارائه می‌دهد. توصیه نمی‌شود که کدام یک نسبت به دیگری برای کاربردهای خاص مناسب‌تر است این تصمیم‌گیری باید با در نظر گرفتن سایر عوامل انجام گردد برای مثال هزینه، در دسترس بودن تجهیزات و غیره.

۲-۸-۲ زیر بند ۲-۸ در درجه اول برای کاربردهای زیر طراحی شده است.

الف) در توسعه یک روش استاندارد بین‌المللی، گاهی کمیته فنی با مشکل انتخاب اینکه کدامیک از روش‌های نامزد شده برای پذیرش به عنوان یک استاندارد بین‌المللی مناسب است روبرو می‌شود. از میان معیارهای استفاده شده دقت و صحت به عنوان پایه این انتخاب می‌باشند.

ب) گاهی لازم است یک روش استاندارد جایگزین توسعه یابد. روش نامزد باید به اندازه روش اول دقیق باشد. روش اجرایی مقایسه به تعیین اینکه آیا روش نامزد شده الزامات را برآورده می‌کند کمک می‌کند.

ج) برای برخی آزمایشگاه‌ها، بیشتر نمونه‌های که باید اندازه‌گیری شوند از منبع مشابه می‌آیند این نمونه‌ها عموماً دارای ترکیب مشابه هستند در این حالت کاربرد یک روش استاندارد بین‌المللی به عنوان یک روش جاری ممکن است به طور غیر ضروری هزینه‌بر باشد. برای این آزمایشگاه ممکن است پذیرش یک روش ساده‌تر برای کاربردهای جاری مطلوب‌تر باشد. این روش باید نتایج آزمون با صحت و دقتی برابر با روش استاندارد بین‌المللی موجود ایجاد کند.

۳-۸ روش ب، گزینه‌ای برای یک روش استاندارد جایگزین ("آزمایش استاندارد سازی" تعریف نشده است)

مقایسه بین روش‌های الف و ب باید بر روی نتایج آزمایش‌های دقت انجام شود. اگر روش الف یک روش استاندارد مقرر شده باشد دقت این روش می‌تواند به عنوان اساس مقایسه بکار برده شود. اگر روش الف هنوز در حال پیشرفت به عنوان یک روش استاندارد باشد باید تحت یک آزمایش دقت قرار بگیرد. هر دو آزمایش‌های دقت باید بر اساس بخش دو این استاندارد راهبری شود.

اهداف این آزمایش به صورت زیر است.

الف) تعیین اینکه روش ب به اندازه روش الف دقیق می‌باشد. نتایج آزمایشی باید قادر به تعیین اینکه نسبت بین اندازه‌های دقت روش ب و روش الف بزرگتر از یک مقدار مشخص است، باشند.

ب) تعیین اینکه صحت روش ب برابر صحت روش الف است، با نشان دادن اینکه اختلاف بین میانگین عمده نتایج آزمایش‌های دقت در برگرفته نمونه‌های یکسان برای هر دو روش از نظر آماری ناچیز می‌باشد، یا با نشان دادن اینکه اختلاف بین مقدار گواهی شده یک ماده مرجع و میانگین عمده نتایج به دست آمده با روش ب در یک آزمایش دقت، زمانی که از ماده مرجع گواهی شده به عنوان نمونه آزمون استفاده می‌شود، از نظر آماری ناچیز می‌باشد. علاوه بر این، نشان دادن اینکه اختلاف بین مقادیر مورد انتظار نتایج دو روش، یا اختلاف بین مقادیر مورد انتظار نتایج هر روش و مقدار گواهی شده، از مقدار مشخصی بزرگتر است، ممکن باشد.

۴-۸ آزمایش درستی

۱-۴-۸ الزامات کلی

آزمایش درستی بایستی مطابق با قوانین کلی شرح داده شده در استاندارد ملی ایران شماره ۱-۷۴۴۲ راهبری شود. برای جلوگیری از سوء برداشت آزمایشگاه‌های شرکت کننده، روش‌های اجرایی مربوط به هر دو روش باید با جزئیات کافی مستند سازی شوند. در حین انجام آزمایش هیچ‌گونه تغییری در روش اجرایی مجاز نیست. آزمایشگاه‌های شرکت کننده باید یک مثال حاکی از کاربرهای بالقوه ای آن روش داشته باشند.

۲-۴-۸ نمونه های آزمون

دقت بسیاری از روش‌های اندازه‌گیری به همان اندازه که تحت تاثیر سطح مشخصه است، تحت تاثیر ماتریس نمونه آزمون نیز می‌باشد. برای این روش‌ها، مقایسه دقت، با نمونه آزمون‌های یکسان بهترین کار می‌باشد. به علاوه، مقایسه صحت روش‌ها تنها زمانی می‌تواند انجام شود که نمونه آزمون‌های یکسان استفاده می‌شود. به همین دلیل، ارتباط بین گروه‌های کاری که آزمایش‌های درستی را بر روی هر روش راهبری می‌کنند، باید با گماردن یک متصدی اجرایی مشترک انجام گیرد.

الزام اصلی برای یک نمونه آزمون این است که باید همگن باشد یعنی هر آزمایشگاه باید از نمونه آزمون‌های یکسان استفاده کند. اگر احتمال (شک) ناهمگنی درون واحدی داده می‌شود، دستورات روشی در روش نمونه برداری آزمون باید در سند گنجانده شود. استفاده از مواد مرجع (RMs) برای برخی از نمونه‌های آزمون مزیت‌هایی دارد. همگنی RM (ماده مرجع) تضمین شده و نتایج روش برای اربیبی مربوط به مقدار گواهی شده RM (ماده مرجع) می‌توانند امتحان شوند. معمولا هزینه بالای RM (ماده مرجع) ایراد این روش است. در بسیاری از موارد، ممکن است با دوباره تقسیم کردن واحدهای RM (ماده مرجع) بر این مشکل غلبه شود. برای روش اجرایی استفاده از یک RM (ماده مرجع) به عنوان یک نمونه آزمون، به استاندارد راهنما ۳۳ مراجعه کنید.

۳-۴-۸ تعداد نمونه های آزمون

تعداد نمونه های آزمون استفاده شده، بسته به گستره سطح مشخصه های مطلوب و همچنین بسته به درستی روی سطح، تغییر می کند. در بسیاری از موارد، تعداد نمونه های آزمون محدود به میزان کار انجام شده و در دسترس بودن نمونه آزمون در سطح مطلوب می باشد.

۴-۴-۸ تعداد آزمایشگاه ها و تعداد اندازه گیری ها

۱-۴-۴-۸ کلیات

تعداد آزمایشگاه ها و تعداد اندازه گیری ها در هر آزمایشگاه که برای برنامه ی آزمون بین آزمایشگاهی مورد نیاز است، برای هر دو روش به موارد زیر بستگی دارد:

(الف) دقت هر دو روش

(ب) نسبت قابل تشخیص، Q یا Φ ، بین اندازه های دقت دو روش؛ این کمینه نسبت اندازه های دقتی است که آزمایشگر دوست دارد با احتمال بالایی از نتایج آزمایش هایی با بکارگیری دو روش، شناسایی کند؛ دقت ممکن است یا به عنوان انحراف معیار تکرارپذیری، که در این مورد نسبت، Q نامیده می شود و یا به عنوان ریشه دوم مربعات میانگین بین آزمایشگاهی، که در این مورد نسبت، Φ نامیده می شود، بیان گردد.

(ج) تفاوت قابل تشخیص بین اریب های دو روش، λ ، این مقدار کمینه اختلاف بین مقادیر مورد انتظار از نتایج به دست آمده از دو روش است.

توصیه می شود که برای مقایسه تخمین های دقت از یک سطح اهمیت $\alpha = 0.05$ استفاده شود، و ریسک عدم موفقیت در تشخیص کمینه نسبت انحراف معیارهای انتخاب شده، یا کمینه اختلاف بین اریبی ها در $\beta = 0.05$ قرار داده شود.

با چنان مقادیری از α و β ، رابطه زیر می تواند برای اختلاف قابل تشخیص بکار گرفته شود:

$$\lambda = 4 \sqrt{\frac{\sigma_{LA}^2 + \frac{\sigma_{rA}^2}{n_A}}{p_A} + \left(\frac{\sigma_{LB}^2 + \frac{\sigma_{rB}^2}{n_B}}{p_B}\right)}$$

...(۱۳)

که در آن اندیس های A و B، به ترتیب به روش الف و ب اشاره دارند.

در بسیاری از موارد، دقت روش ب نامعلوم است. در این مورد، از دقت روش الف به عنوان جایگزین استفاده کنید که رابطه زیر را به دست می دهد:

$$= 4 \sqrt{\frac{\sigma_{LA}^2 + \frac{\sigma_{rA}^2}{n_A}}{p_A} + \left(\frac{\sigma_{LA}^2 + \frac{\sigma_{rA}^2}{n_B}}{p_B}\right)}$$

... (۱۴)

آزمایشگر بهتر است مقادیر جایگزینی n_A ، n_B ، p_A و p_B در رابطه (۱۳) یا (۱۴) را امتحان کند تا مقادیری به دست آید که به اندازه کافی برای برآورد ساختن رابطه بزرگ باشند. سپس مقادیر این پارامترها که برای ارائه یک آزمایش کافی برای مقایسه تخمین‌های دقت لازم هستند، در نظر گرفته شوند.

جدول ۱۴ نسبت‌های کمینه انحراف معیار برای مقادیر داده شده α و β به عنوان یک تابع از درجه‌های آزادی v_A و v_B را نشان می‌دهد.

برای انحراف معیارهای تکرارپذیری

$$v_B = p_B(n_B - 1) \text{ و } v_A = p_A(n_A - 1)$$

مجذورهای میانگین بین آزمایشگاهی

$$v_B = p_B - 1 \text{ و } v_A = p_A - 1$$

اگر دقت یکی از روش‌ها به خوبی تعیین شده باشد، درجه‌های آزادی مساوی ۲۰۰ از جدول ۱۴ را استفاده کنید.

۲-۴-۴-۸ مثال: تعیین آهن موجود در سنگ معدن آهن

۱-۲-۴-۴-۸ پیش زمینه

دو روش تحلیلی برای تعیین آهن کل در سنگ معدن آهن بررسی شده است. چنین فرض می‌شود که هر دو روش دارای دقت برابر است:

$$\sigma_{rA} = \sigma_{rB} = 0,1 \% Fe$$

$$\sigma_{LA} = \sigma_{LB} = 0,2 \% Fe$$

۲-۲-۴-۴-۸ الزامات

$$\lambda = 0,4 \% Fe$$

$$\rho = \phi = 4$$

حداقل تعداد آزمایشگاه‌های مورد نیاز برای هر برنامه آزمون بین آزمایشگاهی با در نظر گرفتن تعداد مساوی آزمایشگاه‌ها و دو بار آنالیز محاسبه می‌شود:

$$n_A = n_B = 2 \text{ و } p_A = p_B$$

الف) برای الزام صحت:

$$0,4 = 4 \sqrt{\frac{\left(0,2^2 + 0,1^2/2\right) / p_A + \left(0,2^2 + 0,1^2/2\right) / p_B}{}}$$

بنابراین

$$p_A = p_B = 9$$

(ب) برای الزام دقت:

از جدول ۱۴ می‌توان دید که $q = 4$ یا $\phi = 4$ با $v_B = v_A = 9$ داده شده‌اند.

به منظور مقایسه انحراف معیارهای تکرارپذیری $v_A = p_A$ و $v_B = p_B$ ، بنابراین $p_A = p_B = 9$

به منظور مقایسه مجذورهای میانگین بین آزمایشگاهی، $v_A = p_A - 1$ و $v_B = p_B - 1$ ، بنابراین $p_A = p_B = 9$

۸-۴-۲-۳ نتیجه گیری ها

حداقل تعداد آزمایشگاه‌های شرکت کننده مورد نیاز برای هر برنامه‌ی آزمون بین آزمایشگاهی ۱۰ می‌باشد.

جدول ۱۴- مقادیر $q(v_A, v_B, \alpha, \beta)$ یا $\phi(v_A, v_B, \alpha, \beta)$ برای $\alpha = 0.05$ و $\beta = 0.05$

V_A																	V_B	
۲۰۰	۵۰	۲۵	۲۰	۱۹	۱۸	۱۷	۱۶	۱۵	۱۴	۱۳	۱۲	۱۱	۱۰	۹	۸	۷		۶
۳/۰۲	۳/۱۷	۳/۳۷	۳/۴۸	۳/۵۱	۳/۵۴	۳/۵۸	۳/۶۲	۳/۶۷	۳/۷۲	۳/۷۹	۳/۸۶	۳/۹۵	۴/۰۷	۴/۲۱	۴/۳۹	۴/۶۴	۴/۹۹	۶
۲/۷۷	۲/۹۱	۲/۱۱	۲/۲۲	۲/۲۵	۲/۲۸	۲/۳۱	۲/۳۵	۲/۴۰	۲/۴۵	۲/۵۲	۲/۵۹	۲/۶۸	۲/۷۹	۲/۹۳	۴/۱۱	۴/۳۵	۴/۶۹	۷
۲/۵۸	۲/۷۲	۲/۹۳	۳/۰۳	۳/۰۶	۳/۰۹	۳/۱۲	۳/۱۶	۳/۲۱	۳/۲۶	۳/۳۲	۳/۴۰	۳/۴۸	۳/۵۹	۳/۷۳	۳/۹۰	۴/۱۴	۴/۴۸	۸
۲/۴۴	۲/۵۸	۲/۷۸	۲/۸۹	۲/۹۱	۲/۹۴	۲/۹۸	۳/۰۲	۳/۰۶	۳/۱۲	۳/۱۸	۳/۲۵	۳/۳۴	۳/۴۴	۳/۵۸	۳/۷۵	۳/۹۹	۴/۳۲	۹
۲/۳۳	۲/۴۷	۲/۶۷	۲/۷۷	۲/۸۰	۲/۸۳	۲/۸۷	۲/۹۱	۲/۹۵	۳/۰۰	۳/۰۶	۳/۱۳	۳/۲۲	۳/۳۳	۳/۴۶	۳/۶۳	۳/۸۶	۴/۱۹	۱۰
۲/۲۴	۲/۳۸	۲/۵۸	۲/۶۸	۲/۷۱	۲/۷۴	۲/۷۸	۲/۸۱	۲/۸۶	۲/۹۱	۲/۹۷	۳/۰۴	۳/۱۳	۳/۲۳	۳/۳۷	۳/۵۴	۳/۷۷	۴/۰۹	۱۱
۲/۱۶	۲/۳۱	۲/۵۱	۲/۶۱	۲/۶۴	۲/۶۷	۲/۷۰	۲/۷۴	۲/۷۸	۲/۸۴	۲/۹۰	۲/۹۷	۳/۰۵	۳/۱۶	۳/۲۹	۳/۴۶	۳/۶۹	۴/۰۱	۱۲
۲/۱۰	۲/۲۴	۲/۴۴	۲/۵۵	۲/۵۷	۲/۶۰	۲/۶۴	۲/۶۸	۲/۷۲	۲/۷۷	۲/۸۳	۲/۹۰	۲/۹۹	۳/۰۹	۳/۲۲	۳/۳۹	۳/۶۲	۳/۹۴	۱۳
۲/۰۴	۲/۱۹	۲/۳۹	۲/۴۹	۲/۵۲	۲/۵۵	۲/۵۹	۲/۶۲	۲/۶۷	۲/۷۲	۲/۷۸	۲/۸۵	۲/۹۴	۳/۰۴	۳/۱۷	۳/۳۴	۳/۵۶	۳/۸۸	۱۴
۱/۹۹	۲/۱۴	۲/۳۴	۲/۴۵	۲/۴۷	۲/۵۱	۲/۵۴	۲/۵۸	۲/۶۲	۲/۶۷	۲/۷۳	۲/۸۰	۲/۸۹	۲/۹۹	۳/۱۲	۳/۲۹	۳/۵۲	۳/۸۳	۱۵
۱/۹۵	۲/۱۰	۲/۳۰	۲/۴۱	۲/۴۳	۲/۴۷	۲/۵۰	۲/۵۴	۲/۵۸	۲/۶۳	۲/۶۹	۲/۷۶	۲/۸۵	۲/۹۵	۳/۰۸	۳/۲۵	۳/۴۷	۳/۷۹	۱۶
۱/۹۲	۲/۰۷	۲/۲۷	۲/۳۷	۲/۴۰	۲/۴۳	۲/۴۶	۲/۵۰	۲/۵۵	۲/۶۰	۲/۶۶	۲/۷۳	۲/۸۱	۲/۹۲	۳/۰۵	۳/۲۱	۳/۴۴	۳/۷۵	۱۷
۱/۸۸	۲/۰۳	۲/۲۴	۲/۳۴	۲/۳۷	۲/۴۰	۲/۴۳	۲/۴۷	۲/۵۲	۲/۵۷	۲/۶۳	۲/۷۰	۲/۷۸	۲/۸۹	۳/۰۲	۳/۱۸	۳/۴۱	۳/۷۲	۱۸
۱/۸۵	۲/۰۱	۲/۲۱	۲/۳۱	۲/۳۴	۲/۳۷	۲/۴۱	۲/۴۴	۲/۴۹	۲/۵۴	۲/۶۰	۲/۶۷	۲/۷۵	۲/۸۶	۲/۹۹	۳/۱۵	۳/۳۸	۳/۶۹	۱۹
۱/۸۳	۱/۹۸	۲/۱۸	۲/۲۹	۲/۳۲	۲/۳۵	۲/۳۸	۲/۴۲	۲/۴۶	۲/۵۲	۲/۵۸	۲/۶۵	۲/۷۳	۲/۸۳	۲/۹۶	۳/۱۳	۳/۳۵	۳/۶۷	۲۰
۱/۷۲	۱/۸۸	۲/۰۹	۲/۱۹	۲/۲۲	۲/۲۵	۲/۲۹	۲/۳۳	۲/۳۷	۲/۴۲	۲/۴۸	۲/۵۵	۲/۶۴	۲/۷۴	۲/۸۷	۳/۰۳	۳/۲۵	۳/۵۷	۲۵
۱/۵۰	۱/۶۷	۱/۸۹	۲/۰۰	۲/۰۳	۲/۰۶	۲/۱۰	۲/۱۴	۲/۱۸	۲/۲۴	۲/۳۰	۲/۳۷	۲/۴۵	۲/۵۵	۲/۶۸	۲/۸۵	۳/۰۷	۳/۳۷	۵۰
۱/۲۹	۱/۵۱	۱/۷۵	۱/۸۶	۱/۸۹	۱/۹۲	۱/۹۶	۲/۰۰	۲/۰۴	۲/۱۰	۲/۱۶	۲/۲۳	۲/۳۲	۲/۴۲	۲/۵۵	۲/۷۱	۲/۹۳	۳/۲۴	۲۰۰

یادآوری:

$$1 \quad q = \frac{\sigma_{rB}}{\sigma_{rA}}; v_A = p_A(n_A - 1); v_B = p_B(n_B - 1)$$

$$2 \quad \phi = \sqrt{\left[\frac{n_B \sigma_{LB}^2 + \sigma_{rB}^2}{n_A \sigma_{LA}^2 + \sigma_{rA}^2} \right]}; v_A = p_A - 1; v_B = p_B - 1$$

۸-۴-۵ توزیع نمونه آزمون

متصدی اجرایی برنامه آزمون بین آزمایشگاهی باید مسئولیت نهایی برای به دست آوردن، آماده‌سازی و توزیع نمونه‌های آزمون را برعهده بگیرد. باید برای اطمینان از اینکه نمونه‌ها در شرایط خوبی توسط آزمایشگاه‌های شرکت کننده دریافت شده‌اند و به وضوح شناسایی شده‌اند، احتیاط لازم بکار گرفته شود. آزمایشگاه‌های شرکت کننده بایستی برای آنالیز نمونه‌ها برپایه اصول یکسانی تعلیم دیده باشند، برای مثال، بر پایه وزن خشک کردن؛ یعنی نمونه برای x ساعت قبل از وزن کردن باید در دمای 105 درجه سلسیوس خشک شود.

۸-۴-۶ آزمایشگاه شرکت کننده

آزمایشگاه شرکت کننده، بایستی یک کارمند را تعیین کند تا مسئول سازمان‌دهی اجرای دستورالعمل‌های فرد هم‌آهنگ کننده باشد. کارمند باید یک تحلیل‌گر واجد شرایط باشد. به منظور جلوگیری از کسب یک تخمین پایین غیر واقع بینانه انحراف معیار روش، باید از کارمند ماهر (مانند پرسنل پژوهشی یا بهترین کاربر)، اجتناب گردد. کارمند مشخص شده باید تعداد اندازه‌گیری‌های مورد نیاز را تحت شرایط تکرارپذیری انجام دهد. آزمایشگاه مسئول گزارش دهی نتایج آزمون به فرد هم‌آهنگ کننده در طول زمان مشخص شده، می‌باشد.

۸-۴-۷ گردآوری نتایج آزمون

فرد هم‌آهنگ کننده برنامه آزمون برای هر روش مسئولیت جمع‌آوری همه‌ی نتایج آزمون در زمان معقول را برعهده دارد.

این مسئولیت وی است که نتایج آزمون را برای بیراهی‌های فیزیکی به دقت مورد واریسی قرار دهد. این‌ها نتایج آزمون‌هایی هستند که بعلت دلایل فیزیکی قابل توضیح به توزیع یکسانی مانند سایر نتایج آزمون تعلق ندارند.

۸-۴-۸ ارزشیابی نتایج آزمون

نتایج آزمون باید توسط یک کارشناس آمار دارای صلاحیت با استفاده از روش اجرایی شرح داده شده در قسمت دوم این استاندارد ارزشیابی شوند. برای هر نمونه آزمون، کمیت‌های زیر محاسبه می‌شوند:

S_{rA} تخمین انحراف معیار تکرارپذیری برای روش A

S_{rB} تخمین انحراف معیار تکرارپذیری برای روش B

S_{rA} تخمین انحراف معیار تجدیدپذیری برای روش A

S_{rB} تخمین انحراف معیار تجدیدپذیری برای روش B

\bar{y}_A میانگین کلی روش A

\bar{y}_B میانگین کلی روش B

۸-۴-۹ مقایسه بین نتایج روش الف و روش ب

نتایج برنامه‌های آزمون بین آزمایشگاهی باید برای هر سطح مقایسه شوند. امکان این وجود دارد که روش ب دقیق‌تر و/یا دارای اریبی در سطوح پایین‌تر مشخصه اما با دقت کم‌تر و/یا دارای اریبی در سطوح بالاتر از مقادیر مشخصه باشند یا برعکس باشد.

۸-۴-۹-۱ نمایش گرافیکی

نمایش گرافیکی از داده‌های خام برای هر سطح مطلوب است. گاهی اوقات اختلاف بین نتایج دو روش از نظر دقت و/یا اریبی آن قدر واضح هستند که نیازی به ارزیابی آماری بیشتری نخواهد بود. نمایش گرافیکی دقت و میانگین‌های کلی همه‌ی سطوح نیز مطلوب است.

۸-۴-۹-۲ مقایسه‌ی دقت

۸-۴-۹-۲-۱ روش الف یک روش استاندارد مقرر شده است.

دقت روش الف بخوبی تعیین شده است

الف) دقت درون آزمایشگاهی

اگر

$$\frac{S_{rB}^2}{\sigma_{rA}^2} \leq \frac{\chi_{(1-\alpha)}^2(v_{rB})}{v_{rB}}$$

نشانه‌ای دال بر اینکه دقت درون آزمایشگاهی روش ب به خوبی روش الف نیست، وجود ندارد؛

اگر

$$\frac{S_{rB}^2}{\sigma_{rA}^2} > \frac{\chi_{(1-\alpha)}^2(v_{rB})}{v_{rB}}$$

نشانه‌ای دال بر اینکه دقت درون آزمایشگاهی روش ب ضعیف‌تر از روش الف است، وجود دارد.

$\chi_{(1-\alpha)}^2(v_{rB})$ برابر است با $(1 - \alpha)$ چن‌دک توزیع χ^2 با درجه آزادی v_{rB} ، و

$$v_{rB} = p_B(n_B - 1)$$

ب) دقت کل

اگر

$$\frac{S_{RB}^2 - \left(1 - \frac{1}{n_B}\right) S_{rB}^2}{\sigma_{RA}^2 - \left(1 - \frac{1}{n_B}\right) \sigma_{rA}^2} \leq \frac{\chi_{(1-\alpha)}^2(v_{LB})}{v_{LB}}$$

نشانه‌ای دال بر اینکه مجذور میانگین روش ب به خوبی روش الف نیست، وجود ندارد.

اگر

$$\frac{S_{RB}^2 - \left(1 - \frac{1}{n_B}\right) S_{rB}^2}{\sigma_{RA}^2 - \left(1 - \frac{1}{n_B}\right) \sigma_{rA}^2} > \frac{\chi_{(1-\alpha)}^2(v_{LB})}{v_{LB}}$$

نشانه‌ای ای دال بر اینکه مجذور میانگین روش ب به خوبی روش الف نیست، وجود دارد.

$\chi^2_{(1-\alpha)}(v_{LB})$ برابر است با $(1 - \alpha)$ چندک توزیع χ^2 با درجه آزادی v_{LB} ، و

$$v_{LB} = p_B - 1$$

۸-۴-۹-۲ هر دو روش نامزد جدید روش‌های استاندارد هستند

الف) دقت درون آزمایشگاهی

$$F_r = \frac{S_{rB}^2}{S_{rA}^2}$$

اگر

$$F_{\frac{\alpha}{2}}(v_{rB}, v_{rA}) \leq F_r \leq F_{(1-\frac{\alpha}{2})}(v_{rB}, v_{rA})$$

نشانه‌ای دال بر اینکه روش‌ها، دقت‌های درون آزمایشگاهی متفاوتی دارند، وجود ندارد؛

اگر

$$F_r < F_{\frac{\alpha}{2}}(v_{rB}, v_{rA})$$

نشانه‌ای دال بر اینکه روش ب دقت درون آزمایشگاهی بهتری نسبت به روش الف دارد، وجود دارد؛

اگر

$$F_r > F_{(1-\frac{\alpha}{2})}(v_{rB}, v_{rA})$$

نشانه‌ای دال بر اینکه روش ب دقت بین آزمایشگاهی ضعیف‌تری نسبت به روش الف دارد، وجود دارد.

$F_{\frac{\alpha}{2}}(v_{rB}, v_{rA})$ و $F_{(1-\frac{\alpha}{2})}(v_{rB}, v_{rA})$ با $\frac{\alpha}{2}$ و $(1 - \frac{\alpha}{2})$ چندک‌های توزیع F با درجه آزادی صورت کسر v_{rB} و مخرج کسر

v_{rA}

$$v_{rB} = p_B(n_B - 1)$$

$$v_{rA} = p_A(n_A - 1)$$

ب) دقت کل

$$F_R = \frac{S_{RB}^2 - \left(1 - \frac{1}{n_B}\right) S_{rB}^2}{S_{RA}^2 - \left(1 - \frac{1}{n_A}\right) S_{rA}^2}$$

اگر

$$F_{\frac{\alpha}{2}}(v_{rB}, v_{rA}) \leq F_R \leq F_{(1-\frac{\alpha}{2})}(v_{rB}, v_{rA})$$

نشانه‌ای دال بر اینکه روش‌ها دقت‌های بین آزمایشگاهی متفاوتی دارند، وجود ندارد؛

اگر

$$F_R < F_{\alpha/2}(v_{rB}, v_{rA})$$

اگر (۲)

$$|\mu - \bar{y}| > \delta_m/2$$

نشانه‌ای دال بر اینکه روش اندازه‌گیری به طرز غیر قابل قبولی دارای اریبی است، وجود دارد؛ که در آن δ_m کمینه اختلاف بین مقدار مورد انتظار از نتایج روش و مقدار گواهی شده از ماده مرجع که آزمون-گر خواستار شناسایی آن با احتمال بالا از نتایج یک آزمایش است، می باشد.

۸-۴-۹-۳-۲ مقایسه بین میانگین روش الف و روش ب

الف) اگر

$$\left| \frac{\bar{y}_A - \bar{y}_B}{s} \right| \leq 2.0$$

اختلاف بین میانگین روش A و روش B از نظر آماری ناچیز باشد؛

ب) اگر

$$\left| \frac{\bar{y}_A - \bar{y}_B}{s} \right| > 2.0$$

اختلاف بین میانگین روش A و روش B از نظر آماری قابل توجه باشد؛

در حالتی که

$$s = \sqrt{s_A^2 + s_B^2}$$

$$s_A^2 = \left[s_{RA}^2 - \left(1 - \frac{1}{n_A} \right) s_{rA}^2 \right] / p_A$$

$$s_B^2 = \frac{\left[s_{RB}^2 - \left(1 - \frac{1}{n_B} \right) s_{rB}^2 \right]}{p_B}$$

دو احتمال وجود دارد:

اگر (۱)

$$|\bar{y}_A - \bar{y}_B| \leq \lambda/2$$

نشانه‌ای دال بر اینکه اختلاف بین اریبی‌های دو روش قابل قبول نیستند، وجود ندارد؛

اگر (۲)

$$|\bar{y}_A - \bar{y}_B| > \lambda/2$$

نشانه‌ای دال بر اینکه اختلاف بین اریبی‌های دو روش قابل قبول نیستند، وجود دارد؛

هنگامی که اختلاف قابل تشخیص بین اریبی هاست.

۸-۵ روش ب، گزینه یک روش جاری است

۸-۵-۱ پارامترها

پارامترهای سهم در یک روش آزمایشگاهی جاری میانگین دراز مدت μ_t ، دقت تحت شرایط تکرارپذیری (که به عنوان انحراف معیار تکرارپذیری σ_r بیان میشود) و دقت میانی (که به صورت انحراف معیار دقت میانی زمان متفاوت $\sigma_{1(T)}$ نمایش داده می شود) هستند.

برای تخمین این پارامترها، آزمایشگاه باید یک برنامه آزمون شبه بین آزمایشگاهی که جایگزین آزمایشگاه های شرکت کننده با "زمان" شود (قسمت ۳ این استاندارد را مشاهده کنید) را مدیریت کند. مدل ریاضی که برای معرفی این برنامه آزمون شبه بین آزمایشگاهی استفاده می شود، با جایگزینی اندیس L به جای T (آزمایشگاه با زمان) مشابه همانی است که برای برنامه بین آزمایشگاه مورد استفاده قرار گرفته است. در این حالت، تغییرزمان-متفاوت، شامل تغییر است که معمولاً به سبب تغییرات مختلف در آزمایشگاه همچون کالیبراسیون تجهیزات، معرف-های متفاوت تحلیل گره های متفاوت، شرایط محیطی و غیره، رخ می دهد. بنابراین بهتر است برنامه ی شبه بین آزمایشگاهی مدت زمانی را پوشش دهد که به صورت معمول این تغییرات پوشش داده می شوند. روش های اجرایی برای مقایسه دقت مشابه با آنچه در ۸-۴-۹-۳ توضیح داده شده است، می باشند.

اریبی می تواند با اعمال هر روش بر روی یک ماده مرجع گواهی شده وقتی μ مقدار قابل قبولی از ماده مرجع است، تعیین گردد.

۸-۵-۲ آزمون اریبی دراز مدت

میانگین حسابی دراز مدت را محاسبه کنید

$$\bar{y} = \sum_{i=1}^{p_{tB}} \sum_{j=1}^{n_B} \frac{y_{ij}}{n_B p_{tB}}$$

که در آن l و j ، به ترتیب اندیس های مربوط به اندازه گیری های دراز مدت (دقت میانی) و کوتاه مدت (شرط تکرار پذیری) هستند.

الف) اگر

$$|\bar{y} - \mu_t| \leq 2 \sqrt{(s_{tB}^2 + \frac{s_{rB}^2}{n_B}) / p_{tB}}$$

اختلاف بین میانگین دراز مدت و مقدار قابل قبول، از نظر آماری ناچیز (قابل چشم پوشی) است.

ب) اگر

$$|\bar{y} - \mu_t| > 2 \sqrt{(s_{tB}^2 + \frac{s_{rB}^2}{n_B}) / p_{tB}}$$

اختلاف بین میانگین دراز مدت و مقدار قابل قبول، از نظر آماری چشمگیر است.

دو احتمال وجود دارد:

اگر (۱)

$$|\bar{y} - \mu_t| \leq \delta_m/2$$

هیچ نشانه‌ای دال بر اینکه آریبی دراز مدت روش غیر قابل قبول است، وجود ندارد؛

اگر (۲)

$$|\bar{y} - \mu_t| > \delta_m/2$$

نشانه‌ای دال بر اینکه آریبی دراز مدت روش غیر قابل قبول است، وجود دارد؛
که در آن δ_m ، اختلاف قابل تشخیص دراز مدت که از قبل توسط آزمایشگر می‌باشد.

پیوست الف
(الزامی)
نمادها و اختصارات

a	عرض از مبدا در رابطه $S=a+bm$
A	فاکتور مورد استفاده برای محاسبه عدم قطعیت یک برآورد
b	شیب در رابطه $S=a+bm$
B	یکی از مؤلفه‌های نتیجه آزمون که نشان دهنده انحراف آزمایشگاه از میانگین کلی است (مؤلفه آزمایشگاهی اریبی)
B ₀	مؤلفه‌ای از B که نشان دهنده همه عواملی است که در شرایط دقت میانی تغییر نمی‌کند.
B ₍₁₎ و B ₍₂₎	و غیره مؤلفه‌های B که نشان دهنده عواملی هستند که در شرایط دقت میانی تغییر می‌کنند.
C	عرض از مبدا در رابطه $\lg s=c+d \lg m$
C, C', C''	آماره‌های آزمون
C _{crit} , C' _{crit} , C'' _{crit}	مقادیر بحرانی برای آزمون‌های آماری
CD _P	اختلاف بحرانی برای احتمال P
CR _P	گستره بحرانی برای احتمال P
d	شیب رابطه $\lg s=c+d \lg m$
e	مؤلفه‌ای از نتیجه آزمون که نشان دهنده خطای تصادفی رخ داده در هر نتیجه آزمون می‌باشد.
f	فاکتور گستره بحرانی
F _{P(V₂, V₁)}	چندک P توزیع F با درجات آزادی V ₂ و V ₁
G	آماره آزمون Grubb
h	آماره آزمون سازگاری بین آزمایشگاهی مندل
k	آماره آزمون سازگاری درون آزمایشگاهی مندل
LCL	حد پایینی کنترل (هر دوی حد کنش و یا حد هشدار)
m	میانگین کل خاصیت مورد آزمون : سطح
M	تعداد عواملی که در شرایط دقت میانی در نظر گرفته می‌شود

N	تعداد تکرارها
n	تعداد نتایج آزمون به دست آمده در یک آزمایشگاه و در یک سطح (یعنی به ازای هر سلول)
p	تعداد آزمایشگاه‌های شرکت کننده در آزمایش بین آزمایشگاهی
P	احتمال
q	تعداد سطوح خاصیت مورد آزمون در آزمایش بین آزمایشگاهی
r	حد تکرارپذیری
R	حد تجدیدپذیری
RM	ماده مرجع
s	برآورد انحراف معیار
\hat{s}	انحراف معیار پیش بینی شده
T	مقدار کل یا مجموع برخی عبارات
t	تعداد اهداف آزمون یا گروه‌های آزمون
UCL	حد بالایی کنترل (هر دوی حد کنش و یا حد هشدار)
W	عامل توزین مورد استفاده در محاسبه یک رگرسیون موزون
w	گستره مجموعه‌ای از نتایج آزمون
x	داده‌های مورد استفاده در آزمون گراب
y	نتیجه آزمون
\bar{y}	میانگین حسابی نتایج آزمون
\bar{y}	میانگین کل نتایج آزمون
α	سطح معناداری
β	احتمال خطای نوع II
γ	نسبت انحراف معیار تجدیدپذیری به انحراف معیار تکرارپذیری $(\frac{\sigma_R}{\sigma_r})$
Δ	اریبی آزمایشگاهی
$\hat{\Delta}$	برآورد Δ
δ	اریبی روش اندازه‌گیری
$\hat{\delta}$	برآورد δ
λ	اختلاف قابل تشخیص بین دو اریبی آزمایشگاهی یا اریبی‌های دو روش اندازه‌گیری

μ مقدار واقعی یا مقدار مرجع پذیرفته شده یک خاصیت تحت آزمون
 ν تعداد درجات آزادی
 ρ نسبت قابل تشخیص انحراف معیارهای تکرارپذیری روش الف و روش ب
 σ مقدار واقعی انحراف معیار
 τ مؤلفه‌ای از یک نتیجه آزمون که نشان دهنده تغییرات ناشی از گذشت زمان از آخرین کالیبراسیون می‌باشد.

ϕ نسبت قابل تشخیص جذر میانگین توان دوم خطاهای بین آزمایشگاهی روش الف و روش ب
 $X_p^2(\nu)$ چندک p توزیع X^2 با درجه آزادی ν

نمادهای استفاده شده در اندیس‌ها

C تفاوت کالیبراسون
 E تفاوت تجهیزات
 I نشانگر یک آزمایشگاه خاص
 $I_{()}$ نشانگری برای اندازه‌های میانی دقت، داخل پرانتز، شناسایی نوع موقعیت میانی
 j نشانگری برای یک سطح خاص (قسمت دوم این سری استاندارد)
 نشانگر یک گروه از آزمون‌ها یا نشانگری برای یک عامل (قسمت سوم این سری استاندارد)
 k نشانگری برای یک نتیجه آزمون خاص در آزمایشگاه i در سطح j
 L بین آزمایشگاهی
 m نشانگری برای اریبی قابل تشخیص
 M نمونه بین آزمون
 O کاربر متفاوت
 P احتمال
 r تکرارپذیری
 R تجدیدپذیری
 T زمان متفاوت
 W درون آزمایشگاهی

... ۱.۲.۳ در مورد نتایج آزمون، شماره‌گذاری آن‌ها به ترتیب به دست آمدن نتایج

... (۱).(۲).(۳) در مورد نتایج آزمون شماره‌گذاری آن‌ها به ترتیب افزایش بزرگی نتایج