



جمهوری اسلامی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

شماره استاندارد ایران

۷۴۴۲-۱



درستی (صمت و دقت) (روشها و نتایج اندازه‌گیری)

قسمت اول: تعاریف و اصول کلی

چاپ اول

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب قانون، تنها مرجع رسمی کشور است که عهده دار وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) میباشد.

تدوین استاندارد در رشته های مختلف توسط کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه، صاحبان مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی

واقصدادی آگاه ومرتبط با موضوع صورت میگیرد. سعی بر این است که استانداردهای ملی، در جهت مطلوبیت ها و مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فنی و فن آوری حاصل از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع شامل: تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، بازرگانان، مراکز علمی و تخصصی و نهادها و سازمانهای دولتی باشد.پیش نویس استانداردهای ملی جهت نظرخواهی برای مراجع ذینفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال میشود و پس از دریافت نظرات وپیشنهادها در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح ودر صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که توسط مؤسسات و سازمانهای علاقمند و ذیصلاح و با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می شود نیز پس از طرح و بررسی در کمیته ملی مربوط و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی چاپ ومنتشر می گردد. بدین ترتیب استانداردهایی ملی تلقی می شود که بر اساس مفاد مندرج در استاندارد ملی شماره ((۵)) تدوین و در کمیته ملی مربوط که توسط مؤسسه تشکیل میگردد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد میباشد که در تدوین استانداردهای ملی ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندیهای خاص کشور، از آخرین پیشرفتهای علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی استفاده می نماید.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون به منظور حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی وعمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردها را با تصویب شورای عالی استاندارد اجباری نماید. مؤسسه می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آنرا اجباری نماید.

همچنین بمنظور اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمانها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و گواهی کنندگان سیستم های مدیریت کیفیت ومدیریت زیست محیطی، آزمایشگاهها و کالیبره کنندگان وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد اینگونه سازمانها و مؤسسات را بر اساس

ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران مورد ارزیابی قرار داده و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آنها اعطا نموده و بر عملکرد آنها نظارت می نماید. ترویج سیستم بین المللی یکاها ، کالیبراسیون وسایل سنجش تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی از دیگر وظایف این مؤسسه می باشد.

کمیسیون استاندارد «درستی (صحت و دقت) روشها و نتایج اندازه گیری - قسمت اول: تعاریف و اصول کلی

رئیس	سمت یا نمایندگی
تمدن - حسین (فوق لیسانس بیوشیمی)	دانشگاه علوم پزشکی شهید بهشتی
اعضاء	
ایرانی - نوذر (لیسانس فیزیک)	شرکت لکسر
ایزدی - علی (فوق لیسانس مهندسی شیمی)	شرکت مهندسی مهر
بری - مقصود (لیسانس فیزیک)	مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
پناهی راد - مهدی (دکتری علوم آزمایشگاهی)	امور آزمایشگاههای سازمان تامین اجتماعی
رضوی - رخساره (لیسانس فیزیک)	مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
قدس - زهره (لیسانس فیزیک)	شرکت پیشگامان اندازه شناسی دقیق
محسنین - مهکامه (لیسانس فیزیک)	مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
نوحی - ساناز (لیسانس شیمی)	اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان مازندران
دبیر	
محمدی لیواری - احد (فوق لیسانس فیزیک)	مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

فهرست مندرجات

صفحه

	پیشگفتار.....		
	مقدمه.....		
۱	هدف و دامنه کاربرد.....	۱	
۲	مراجع الزامی.....	۲	
۳	تعاریف و اصطلاحات.....	۳	
۴	مفاهیم کاربردی تعاریف آزمایش های دقت.....	۴	
۱-۴	روش اندازه گیری استاندارد.....	۹	
۲-۴	آزمایش درستی.....	۱۰	
۳-۴	نمونه های آزمون یکسان.....	۱۰	
۴-۴	فواصل زمانی کوتاه.....	۱۱	

آزمایشگاههای شرکت کننده.....	۱۲	۵-۴
شرایط مشاهده.....	۱۳	۶-۴
مدل آماری.....	۱۳	۵
مدل پایه.....	۱۳	۱-۵
رابطه بین مدل پایه و دقت.....	۱۷	۲-۵
مدل‌های جایگزین.....	۱۷	۳-۵
نکاتی در طراحی آزمایش برآورد درستی.....	۱۷	۶
طرح ریزی یک آزمایش درستی.....	۱۷	۱-۶
روش اندازه گیری استاندارد.....	۱۸	۲-۶
انتخاب آزمایشگاهها برای آزمایش درستی.....	۱۹	۳-۶
انتخاب مواد مورد استفاده در آزمایش درستی.....	۲۵	۴-۶
بکارگیری یافته‌های درستی.....	۲۷	۷
اعلام مقادیر صحت و دقت.....	۲۷	۱-۷
کاربردهای عملی مقادیر صحت و دقت.....	۳۰	۲-۷
پیوست الف.....	۳۲	
پیوست ب.....	۳۶	
پیوست پ.....	۳۸	

پیش گفتار

استاندارد «درستی (صحت و دقت) روشها و نتایج اندازه‌گیری - قسمت اول: تعاریف و اصول کلی» که پیش‌نویس آن توسط کمیسیون‌های مربوط تهیه و تدوین شده و در سی و هشتمین جلسه کمیته ملی استاندارد اوزان و مقیاسات مورخ ۸۳/۴/۹ مورد تأیید قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن ۱۳۷۱ بعنوان 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 تجدید نظر خواهد شد و هر گونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استاندارد‌ها ارائه شود، در هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط توجه قرار خواهد گرفت. بنابر این برای مراجعه به استاندارد‌های ایران باید همواره از آخرین تجدید نظر آنها استفاده کرد.

در تهیه و تدوین این استاندارد سعی شده است که ضمن توجه به شرایط موجود و نیازهای جامعه، در حد امکان بین این استاندارد و استانداردهای بین‌المللی و استاندارد ملی کشورهای صنعتی و پیشرفته هماهنگی ایجاد شود.

منبع و مأخذی که برای تهیه این استاندارد به کار رفته به شرح زیر است:

ISO 5725-1:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – part 1: General principles and definitions. + Cor.1(1998)

مقدمه

در سری استانداردهای ملی از دو واژه «صحت» و «دقت» برای بیان درستی روش اندازه‌گیری استفاده شده است. «صحت» به معنای نزدیکی توافق بین میانگین حسابی تعداد بسیار زیادی از نتایج آزمون و مقدار واقعی یا مقدار مرجع پذیرفته شده و «دقت» به معنای نزدیکی توافق بین نتایج آزمون است.

لزوم در نظر گرفتن «دقت» از آنجا ناشی می‌شود که آزمونهای انجام شده بر روی مواد یکسان فرض شده در شرایط محیطی یکسان فرض شده، به طور کلی به نتایج یکسانی منجر نمی‌شود. یکسان نبودن نتایج بدلیل وجود خطاهای تصادفی ذاتی اجتناب‌ناپذیر در هر روند اندازه‌گیری است. چون عواملی که بر خروجی اندازه‌گیری مؤثرند را نمی‌توان به طور کامل بازبینی نمود، در تفسیر تجربی داده‌های اندازه‌گیری این تغییرپذیری باید بررسی شود. برای مثال اگر اختلاف میان نتیجه آزمون و مقدار واقعی آن در دامنه خطاهای اجتناب‌ناپذیر تصادفی قرار گیرد، در چنین حالتی انحراف از مقدار واقعی بدست نیامده است همچنین مقایسه نتایج آزمون دو بهر از مواد، چنانچه اختلاف میان آنها در حد تغییرات ذاتی روش اندازه‌گیری باشد، نمی‌تواند بیانگر اختلاف اساسی کیفی بین آنها باشد. عوامل متعددی (غیر از اختلاف میان نمونه‌های یکسان فرض شده) می‌تواند در تغییرپذیری نتایج روش اندازه‌گیری مؤثر باشند. این عوامل عبارتند از:

— کاربر

— تجهیزات مورد استفاده

— کالیبراسیون تجهیزات

— شرایط محیطی (دما، رطوبت، آلودگی هوا و غیره)

— فاصله زمانی بین اندازه‌گیری‌ها

تغییرپذیری بین اندازه‌گیری‌های انجام شده توسط کاربران مختلف و / یا با استفاده از تجهیزات مختلف معمولاً بزرگتر از تغییرپذیری بین اندازه‌گیری‌های انجام شده در فاصله زمانی کوتاه توسط یک کاربر با استفاده از یک وسیله است. دقت واژه‌ای عمومی برای بیان تغییرپذیری بین اندازه‌گیری‌های تکرار شده است. دو شرط مورد نیاز برای تعیین دقت، شرایط تکرارپذیری و تجدیدپذیری است که در موارد تجربی بسیاری، در توصیف تغییرپذیری روش اندازه‌گیری مفید هستند. تحت شرایط تکرارپذیری عوامل فوق ثابت فرض می‌شود و در تغییرپذیری دخالت داده نمی‌شوند در صورتی که تحت شرایط تجدیدپذیری این عوامل ثابت نبوده و در تغییرپذیری نتایج دخالت داده می‌شوند. بنابراین تکرارپذیری و تجدیدپذیری دو حد نهایی دقت هستند که اولی نشاندهنده حداقل و دومی نشاندهنده حداکثر تغییرپذیری نتایج می‌باشد. سایر شرایط میانی، بین این دو شرط حدی دقت قرار دارند. اصولاً این امر امکان پذیر و قابل تصور است که یک یا تعدادی از عوامل فوق تغییر کنند. دقت معمولاً بر حسب انحراف معیار بیان می‌شود.

«صحت» روش اندازه‌گیری زمانی مفید است که امکان تصور یک مقدار واقعی برای خاصیت مورد اندازه‌گیری وجود داشته باشد. گرچه برای برخی از روشهای اندازه‌گیری، مقدار واقعی را نمی‌توان دقیقاً تعیین کرد اما این امکان وجود دارد که یک مقدار مرجع پذیرفته شده برای کمیت مورد اندازه‌گیری در نظر گرفته شود. برای مثال در صورتی که مواد مرجع مناسب در دسترس باشند با ارجاع به روش اندازه‌گیری دیگر و یا با فراهم نمودن نمونه‌ای معلوم می‌توان مقدار مرجع پذیرفته شده را تعیین کرد. صحت روش اندازه‌گیری با مقایسه مقدار مرجع پذیرفته شده و نتایج حاصل از روش اندازه‌گیری مورد بررسی قرار می‌گیرد. صحت معمولاً بر حسب اریبی بیان می‌شود. اریبی قابل افزایش است، برای مثال اگر در یک آنالیز شیمیایی، روش اندازه‌گیری برای استخراج کامل عنصری جوابگو نباشد و یا اگر وجود عنصری در تعیین عنصر دیگری تداخل کند، امکان افزایش اریبی وجود دارد.

در ابتدا واژه عمومی «درستی» به مؤلفه «صحت» اطلاق می‌شد، ولی بعدها مشخص گردید که باید اثرات ناشی از خطاهای تصادفی و سیستماتیک را نیز در نظر گرفت. بنابراین در این استاندارد واژه «درستی» دو مؤلفه «صحت» و «دقت» را شامل می‌شود.

سری استانداردهای «درستی (صحت و دقت) روشها و نتایج اندازه گیری» شامل شش قسمت به شرح زیر است:

قسمت اول - تعاریف و اصول کلی

قسمت دوم - روش پایه برای تعیین تکرار پذیری و تجدیدپذیری روش اندازه گیری استاندارد

قسمت سوم - اندازه های میانی دقت روش اندازه گیری استاندارد

قسمت چهارم - روشهای پایه برای تعیین صحت روش اندازه گیری استاندارد

قسمت پنجم - روشهای جایگزین برای تعیین دقت روش اندازه گیری استاندارد

قسمت ششم - کاربرد عملی مقادیر درستی

درستی (صحت و دقت) روشها و نتایج اندازه گیری -

قسمت اول: تعاریف و اصول کلی

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین اصول کلی برای درک بهتر ارزیابی درستی (صحت و دقت) روشها و نتایج اندازه گیری و تعیین برآوردهای عملی اندازه های مختلف از طریق آزمایش است. این استاندارد منحصرأ در مورد روشهای اندازه گیری که در آنها اندازه گیری بر اساس مقیاس پیوسته انجام و نتیجه آزمون به صورت تک مقداری ارائه می گردد کاربرد دارد، گرچه این تک مقدار می تواند نتیجه محاسبه تعدادی از مشاهدات باشد. مقادیر کمی ذکر شده در این استاندارد، نشاندهنده قابلیت روش اندازه گیری برای دستیابی به یک نتیجه صحیح (صحت) یا تکرار یک نتیجه مشخص (دقت) است. بنابراین ضروری است اندازه گیری دقیقاً روی نمونه یکسان و با یک روش یکسان انجام شده و فرآیند اندازه گیری تحت کنترل باشد. این استاندارد برای گستره وسیعی از مواد مصنوعی یا طبیعی شامل مایعات، پودرها و جامدات مشروط بر آنکه هرگونه ناهمگنی موجود در ماده در نظر گرفته شود، کاربرد دارد.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آنها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات، جزئی از این استاندارد محسوب می شود. در مورد مراجع دارای تاریخ چاپ / و یا تجدید نظر، اصلاحیه ها و تجدید نظر های بعدی این مدارک مورد نظر نیست. پس بهتر است کاربران ذینفع این استاندارد، امکان کاربرد آخرین اصلاحیه ها و تجدید نظر های مدارک الزامی را مورد بررسی قرار دهند. در مورد مراجع بدون تاریخ چاپ و یا تجدید نظر، آخرین چاپ و یا تجدید نظر آن مدارک الزامی که ارجاع داده شده، مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربران این استاندارد الزامی است:

ISO 3534-1:1993, Statistics – vocabulary and symbols – part1: probability and general statistical terms.

ISO 5725-2:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – part2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method.

ISO 5725-3:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods – part3: Intermediate measures of the precision of a standard method.

ISO 5725-4:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – part4: Basic methods for the determination of the trueness of a standard measurement method.

ISO 5725-5:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – part5: Alternative methods for the determination of the precision of a standard measurement methods.

ISO 5725-6:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – part6: use in practice of accuracy values.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و / یا واژه ها با تعاریف زیر بکار می رود.

نمادهای بکار رفته در این استاندارد در پیوست الف آمده است.

۱-۳ مقدار مشاهده شده

مقدار یک مشخصه که از یک «تک مشاهده» بدست می‌آید.

۲-۳ نتیجه آزمون

مقدار یک مشخصه که با انجام یک روش آزمون مشخص بدست می‌آید.

یادآوری ۱- روش آزمون باید تعداد مشاهدات را مشخص کند و میانگین آنها یا هر تابع مناسب دیگری (مانند میانه یا انحراف معیار) بعنوان نتیجه آزمون گزارش شود. همچنین اعمال تصحیحات استاندارد نظیر تصحیح حجم گاز نسبت به دما و فشار استاندارد ممکن است ضروری باشد. بنابراین نتیجه آزمون می‌تواند نتیجه محاسبه شده از تعدادی مقادیر مشاهده شده باشد. در حالت ساده نتیجه آزمون همان مقدار مشاهده شده است.

۳-۳ سطح آزمون در آزمایش دقت

میانگین کلی نتایج آزمون بدست آمده از تمام آزمایشگاهها برای یک ماده یا نمونه آزمون خاص.

۴-۳ سلول در آزمایش دقت

نتایج آزمون بدست آمده از یک آزمایشگاه در یک سطح آزمون.

۵-۳ مقدار مرجع پذیرفته شده

مقداری که بعنوان یک مرجع توافقی جهت مقایسه بکار می‌رود و به صورت زیر بدست می‌آید:

— یک مقدار نظری یا برقرار شده بر اساس اصول علمی.

— یک مقدار تعیین شده یا تایید شده بر اساس کار آزمایشی چند سازمان ملی یا بین المللی.

— یک مقدار تایید شده یا مورد توافق عمومی بر اساس کار آزمایشی مشترک، تحت نظارت یک گروه مهندسی یا علمی.

— در صورت عدم دسترسی به موارد بالا، مقدار مورد انتظار کمیت (قابل اندازه‌گیری)، مانند میانگین تعداد معینی از اندازه‌گیری‌ها، را باید در نظر گرفت.

۶-۳ درستی

نزدیکی توافق بین نتیجه آزمون و مقدار مرجع پذیرفته شده.

یادآوری ۲- هنگام بکارگیری واژه درستی برای مجموعه‌ای از نتایج آزمون، درستی ترکیبی از مؤلفه‌های خطای تصادفی و خطای سیستماتیک معمول یا مؤلفه اریبی می‌باشد.

صحت

۷-۳

نزدیکی توافق بین مقدار میانگین حاصل از تعداد زیادی از نتایج آزمون و مقدار مرجع پذیرفته شده.

یادآوری ۳- اندازه صحت معمولاً بر حسب اریبی بیان می‌شود.

یادآوری ۴- به صحت «درستی میانگین» نیز گفته می‌شود ولی استفاده از آن به این صورت توصیه نمی‌شود.

اریبی

۸-۳

اختلاف بین مقادیر موردانتظار نتایج آزمون و مقدار مرجع پذیرفته شده.

یادآوری ۵- اریبی بر خلاف خطای تصادفی، خطای سیستماتیک کل است که امکان دارد از یک یا چند

مؤلفه خطای سیستماتیک تشکیل شده باشد. بزرگ بودن اریبی بیانگر اختلاف زیاد از مقدار مرجع پذیرفته شده است. اریبی شامل خطای تصادفی نمی‌شود.

اریبی آزمایشگاهی

۹-۳

اختلاف بین نتایج مورد انتظار آزمون یک آزمایشگاه مشخص و مقدار مرجع پذیرفته شده.

اریبی روش اندازه‌گیری

۱۰-۳

اختلاف بین نتایج مورد انتظار آزمون بدست آمده از تمام آزمایشگاهها با استفاده از یک روش و یک مقدار مرجع پذیرفته شده.

یادآوری ۶- بعنوان مثال، اگر روشی ادعا کند که مقدار سولفور، یک ترکیب را اندازه‌گیری می‌کند اما در

عمل قادر به استخراج تمام سولفور ترکیب مورد نظر نباشد اریبی این روش اندازه‌گیری منفی خواهد بود.

اریبی روش اندازه‌گیری از طریق محاسبه میانگین نتایج حاصل از تعداد زیادی آزمایشگاه که همگی از یک

روش استفاده کرده‌اند بدست می‌آید. اریبی روش اندازه‌گیری می‌تواند در سطوح مختلف، متفاوت باشد.

مؤلفه آزمایشگاهی اریبی

اختلاف بین اریبی آزمایشگاه و اریبی روش اندازه‌گیری.

یادآوری ۷- مؤلفه آزمایشگاهی اریبی، برای هر آزمایشگاه و شرایط اندازه‌گیری در آن آزمایشگاه مشخص می‌شود و می‌تواند برای سطوح مختلف آزمون متفاوت باشد.

یادآوری ۸- مؤلفه آزمایشگاهی اریبی، به میانگین کل نتایج مربوط می‌شود و ارتباطی به مقدار مرجع یا واقعی ندارد.

دقت

نزدیکی توافق بین نتایج حاصل از آزمون‌های مستقل تحت شرایط قراردادی.

یادآوری ۹- دقت فقط به توزیع خطاهای تصادفی بستگی دارد و ارتباطی به مقدار واقعی یا مقدار مشخص شده، ندارد.

یادآوری ۱۰- معمولاً اندازه دقت بر حسب عدم دقت بیان می‌گردد و بر حسب انحراف معیار نتایج آزمون محاسبه می‌شود. دقت پایین تر ناشی از انحراف معیار بالاتر است.

یادآوری ۱۱- «نتایج آزمون مستقل» نتایجی است که تحت تاثیر هیچیک از نتایج آزمون قبلی که روی همان نمونه آزمون یا مشابه آن انجام شده است، قرار نمی‌گیرد. اندازه‌های کمی دقت وابستگی شدیدی به شرایط تصریح شده دارند. شرایط تکرارپذیری و تجدیدپذیری، دو حد نهایی دقت هستند.

۱۳-۳ تکرارپذیری

دقت تحت شرایط تکرارپذیری

۱۴-۳ شرایط تکرار پذیری

شرایطی است که در آن نتایج آزمون مستقل با یک روش روی نمونه‌های آزمون یکسان در یک آزمایشگاه توسط یک کاربر و با استفاده از تجهیزات یکسان در فواصل زمانی کوتاه بدست می‌آید.

۱۵-۳ انحراف معیار تکرارپذیری

انحراف معیار نتایج آزمون بدست آمده تحت شرایط تکرارپذیری

یادآوری ۱۲- انحراف معیار تکرارپذیری، اندازه پراکندگی توزیع نتایج آزمون تحت شرایط تکرارپذیری است.

یادآوری ۱۳- «واریانس تکرارپذیری» و «ضریب تغییرات تکرارپذیری» نیز می‌تواند به عنوان اندازه پراکندگی نتایج آزمون تحت شرایط تکرارپذیری تعریف و استفاده شود.

۱۶-۳ حد تکرارپذیری

مقداری است که انتظار می‌رود اختلاف مطلق بین دو نتیجه آزمون بدست آمده تحت شرایط تکرارپذیری با احتمال ۹۵ درصد کمتر یا برابر آن باشد.

یادآوری ۱۴- نماد بکار رفته برای نمایش حد تکرارپذیری r است.

۱۷-۳ تجدیدپذیری

دقت تحت شرایط تجدیدپذیری

۱۸-۳ شرایط تجدیدپذیری

شرایطی است که در آن نتایج آزمون با یک روش روی نمونه‌های آزمون یکسان در آزمایشگاههای مختلف توسط کاربران مختلف و با استفاده از تجهیزات مختلف بدست می‌آید.

۱۹-۳ انحراف معیار تجدیدپذیری

انحراف معیار نتایج آزمون بدست آمده تحت شرایط تجدیدپذیری

یادآوری ۱۵- انحراف معیار تجدیدپذیری، اندازه پراکندگی توزیع نتایج آزمون تحت شرایط تجدیدپذیری است.

یادآوری ۱۶- «واریانس تجدیدپذیری» و «ضریب تغییرات تجدیدپذیری» نیز می‌تواند به عنوان اندازه پراکندگی نتایج آزمون تحت شرایط تجدیدپذیری تعریف و استفاده شود.

۳-۲۰ مد تجدیدپذیری

مقداری است که انتظار می‌رود اختلاف مطلق بین دو نتیجه آزمون بدست آمده تحت شرایط تجدیدپذیری با احتمال ۹۵ درصد کمتر یا برابر آن باشد.

یادآوری ۱۷- نماد بکار رفته برای نمایش حد تجدید پذیری R است.

۳-۲۱ نقطه دور افتاده

عضوی از یک مجموعه مقادیر که با سایر اعضای مجموعه ناسازگار است.

یادآوری ۱۸- آزمونهای آماری و سطح معنی داری که جهت شناسایی نقاط دور افتاده در آزمایش‌های دقت و صحت بکار می‌روند در استاندارد ملی ایران ... مشخص شده است^۱.

۳-۲۲ آزمایش ارزیابی مشتری^۲

یک آزمایش بین آزمایشگاهی است که در آن عملکرد هر آزمایشگاه با استفاده از یک روش اندازه‌گیری استاندارد مشخص بر روی مواد یکسانی ارزیابی می‌شود.

یادآوری ۱۹- تعاریف داده شده در بندهای فرعی ۳-۱۶ و ۳-۲۰ برای نتایجی بکار می‌روند که در مقیاس پیوسته تغییر می‌کنند و اگر نتایج به صورت گسسته و یا گرد شده باشند، حد تکرارپذیری و حد تجدیدپذیری همانگونه که در بالا تعریف شده است. حداقل مقداری است که اختلاف مطلق بین دو نتیجه آزمون با احتمال ۹۵ درصد کمتر یا برابر آن است.

یادآوری ۲۰- تعاریف داده شده در بندهای فرعی ۳-۸ تا ۳-۱۱، ۳-۱۵، ۳-۱۶، ۳-۱۹ و ۳-۲۰ به مقادیر نظری اشاره دارند که در واقع مجهول باقی می‌مانند. مقادیر آریبی و انحراف معیارهای تجدیدپذیری و تکرارپذیری (همانطور که در استانداردهای ملی ... و ... مشخص شده است^۱) که با آزمایش تعیین می‌شوند، برآوردهای این مقادیر به صورت جملات آماری بوده و همراه با خطا نیز می‌باشند. در نتیجه بعنوان مثال، سطوح احتمال

۱- تا تدوین استاندارد ملی به استاندارد ISO 5725-2 مراجعه شود.

مربوط به حدود r و R دقیقاً ۹۵ درصد نخواهد بود. اگر تعداد زیادی آزمایشگاه در آزمایش دقت شرکت داشته باشند (حداقل ۳۰ آزمایشگاه)، سطوح احتمال تقریباً ۹۵ درصد خواهد بود. اگر تعداد آزمایشگاههای شرکت کننده کمتر از ۳۰ باشد، سطوح احتمال ممکن است تفاوت قابل ملاحظه‌ای نسبت به ۹۵ درصد داشته باشند. این امر اجتناب ناپذیر است اما از اهمیت کاربرد آن بعنوان وسیله‌ای برای قضاوت درباره اینکه آیا اختلاف بین نتایج ناشی از عدم قطعیت‌های تصادفی جزء ذات روش اندازه‌گیری است یا خیر، نمی‌کاهد. اختلافات بزرگتر از حد تکرارپذیری r یا حد تجدیدپذیری R مورد تردید است.

یادآوری ۲۱- اصولاً نمادهای r و R در موارد دیگر نیز بکار می‌روند. در استاندارد ملی ... توصیه می‌شود r^2 برای ضریب همبستگی^۱ و R (یا W) برای دامنه تغییرات یکسری مشاهدات استفاده شود. اما به منظور جلوگیری از هرگونه سردرگمی در استاندارد از عبارات کامل حد تکرارپذیری r و حد تجدیدپذیری R استفاده خواهد شد.

۱۴ مفاهیم کاربردی تعاریف آزمایش‌های درستی

روش اندازه‌گیری استاندارد

۱-۱۴

۱-۱-۱۴ برای اینکه اندازه‌گیری‌ها با روش یکسانی انجام شود، روش اندازه‌گیری باید استاندارد بوده و تمام اندازه‌گیری‌ها باید طبق آن انجام شود. این بدان معناست که باید مدارک مکتوبی حاوی جزئیات کامل نحوه اندازه‌گیری و ترجیحاً شرحی در خصوص چگونگی تهیه و آماده‌سازی نمونه مورد اندازه‌گیری وجود داشته باشد.

۲-۱-۱۴ وجود یک روش اندازه‌گیری مکتوب، دلالت بر وجود سازمانی دارد که مسئول نظارت بر برقراری روش اندازه‌گیری تحت بررسی است.

یادآوری ۲۲- روش اندازه‌گیری استاندارد در بند فرعی ۶-۲ به تفصیل مورد بحث قرار گرفته است.

۳- تا تدوین استانداردهای ملی به استاندارد *ISO 5725-2* و استاندارد *ISO 5725-4* مراجعه شود.

۱- تا تدوین استانداردهای ملی به استاندارد *ISO 3534-1* مراجعه شود.

آزمایش درستی

۱-۲-۴ اندازه‌های درستی (صحت و دقت) باید توسط هیأت کارشناسانی که اختصاصاً برای این منظور تشکیل شده است، از طریق یک سری از نتایج آزمون بدست آمده از آزمایشگاههای شرکت کننده تعیین شود. به چنین آزمایش بین آزمایشگاهی «آزمایش درستی» گویند. در شرایط محدود، آزمایش درستی را می‌توان «آزمایش صحت» یا «آزمایش دقت» نامید. اگر هدف تعیین صحت باشد، در آن صورت آزمایش دقت باید قبل / یا همزمان با آن انجام شود.

۲-۲-۴ آزمایش درستی را اغلب می‌توان بعنوان آزمون عملی کفایت روش اندازه‌گیری استاندارد در نظر گرفت. یکی از اهداف اساسی استاندارد کردن حذف اختلافات بین کاربران (آزمایشگاهها) تا حد امکان است و داده‌های حاصل از آزمایش درستی نشانگر میزان دستیابی به این هدف می‌باشد. اختلاف فاحش در واریانسهای «درون آزمایشگاهی» یا میانگین «بین آزمایشگاهی» (بند ۷ را ببینید) می‌تواند نشانگر این مطلب باشد که روش اندازه‌گیری استاندارد هنوز به تفصیل و بطور موثر بیان نشده و می‌تواند بهبود یابد در این صورت این مطلب جهت رسیدگی بیشتر باید به سازمان استاندارد کننده منعکس شود.

نمونه‌های آزمون یکسان

۱-۳-۴ در آزمایش درستی، نمونه‌هایی از یک ماده مشخص یا نمونه‌هایی از یک تولید مشخص از مرکز به تعدادی از آزمایشگاهها در نقاط مختلف، کشورهای مختلف و یا حتی قاره‌های مختلف فرستاده می‌شود. تعریف شرایط تکرارپذیری (بند فرعی ۳-۱۴) بیان کننده این مطلب است که اندازه‌گیری‌ها در این آزمایشگاهها باید روی نمونه‌های آزمونی انجام شود که در زمان اندازه‌گیری دارای شرایط یکسان هستند. برای دستیابی به این هدف دو شرط زیر باید برقرار باشد:

الف - نمونه‌ها هنگام توزیع بین آزمایشگاهها یکسان باشند.

ب - نمونه‌ها در طول حمل و تا زمان اندازه‌گیری یکسان باقی بمانند.

در سازماندهی آزمایش درستی، دو شرط فوق باید به دقت در نظر گرفته شود.

یادآوری ۲۳- در مورد انتخاب ماده در بند فرعی (۶-۴) به طور کامل بحث شده است.

فواصل زمانی کوتاه

۱-۴-۴ طبق تعریف شرایط تکرار پذیری (بند فرعی ۳-۱۴) اندازه‌گیری جهت تعیین تکرارپذیری باید تحت شرایط کاری ثابت انجام شود یعنی در طی زمان اندازه‌گیری عواملی نظیر آنچه در مقدمه آمده است باید ثابت بمانند، بویژه تجهیزات نباید در بین اندازه‌گیری‌ها مجدداً کالیبره گردند، مگر آنکه برای هر اندازه‌گیری این امر ضروری باشد.

در عمل آزمون‌ها باید تحت شرایط تکرارپذیری تا حد امکان در کمترین زمان ممکن انجام شوند تا تغییرات عواملی نظیر شرایط محیطی که ثابت بودن آنها را نمی‌توان همیشه تضمین کرد به حداقل رسانده شود.

۲-۴-۴ دومین مسئله‌ای که ممکن است بر فواصل زمانی بین اندازه‌گیری‌ها تاثیر بگذارد آن است که نتایج آزمون، مستقل از هم فرض شوند. اگر این نگرانی وجود دارد که نتایج قبلی ممکن است بر نتایج آزمون بعدی تاثیر گذارد (و بنابراین برآورد واریانس تکرارپذیری کاهش یابد)، لازم است که نمونه‌ها جداگانه کدگذاری شوند بطوری که کاربر نتواند نمونه‌های یکسان را تشخیص دهد. دستورالعملی برای توالی اندازه‌گیری این نمونه‌ها باید تهیه شود و این دستورالعمل باید بگونه‌ای باشد که در آن، نمونه‌ها بطور تصادفی اندازه‌گیری شده و همه نمونه‌های یکسان پشت سرهم اندازه‌گیری نشوند. این می‌تواند بدان معنی باشد که فواصل بین اندازه‌گیری‌های تکرار شده با مفهوم فواصل زمانی کوتاه تناقض دارد مگر آنکه ماهیت اندازه‌گیری‌ها بگونه‌ای باشد که تمام اندازه‌گیری‌ها در همان فاصله زمانی کوتاه انجام شود. عقل سلیم باید حاکم باشد.

آزمایشگاه‌های شرکت کننده

۱-۵-۴ در این استاندارد فرض اساسی بر این است که برای یک روش اندازه‌گیری استاندارد، تکرارپذیری برای تمام آزمایشگاه‌هایی که روش اجرایی استاندارد بکار می‌برند تقریباً یکسان است. بنابراین استفاده از میانگین انحراف معیار تکرارپذیری مشترک برای هر یک از آزمایشگاه‌ها مجاز خواهد بود با این وجود، هر آزمایشگاه می‌تواند با انجام یک سری اندازه‌گیری تحت شرایط تکرارپذیری به برآورد انحراف

معیار تکرارپذیری خود برای همان روش اندازه‌گیری رسیده و آن را با مقدار میانگین بین آزمایشگاهها مقایسه کند. جزئیات این روش اجرایی در قسمت ششم این استاندارد آمده است.

۲-۵-۱۴ به طور نظری کمیت‌های تعریف شده در بندهای فرعی (۳-۸) تا (۳-۲۰)، برای تمام آزمایشگاههایی که روش اندازه‌گیری یکسانی را بکار می‌گیرند، استفاده می‌شود. در عمل این کمیت‌ها از طریق نمونه‌ای از جامعه آزمایشگاهی تعیین می‌شود. جزئیات بیشتر انتخاب این نمونه در بند فرعی (۳-۶) داده شده است.

در صورتی که دستورالعمل‌ها با توجه به تعداد آزمایشگاهها و تعداد اندازه‌گیری‌هایی که باید انجام شوند تهیه گردد، در آن صورت برآوردهای صحت و دقت کافی است. با این حال اگر در آینده مشخص گردد که آزمایشگاههای شرکت کننده نماینده واقعی تمام آزمایشگاههایی که در آنها روش اندازه‌گیری استاندارد بکار می‌برند، نیستند اندازه‌گیری‌ها باید تکرار شوند.

شرایط مشاهده

۶-۱۴

۱-۶-۱۴ عوامل موثر در تغییرپذیری مقادیر مشاهده شده در داخل یک آزمایشگاه که در مقدمه آمده است، می‌تواند شامل زمان، کاربر و تجهیزات باشد. در صورتی که مشاهدات در زمانهای مختلف انجام شود، تغییرات شرایط محیطی و کالیبراسیون مجدد تجهیزات در بین مشاهدات نیز از عوامل موثر هستند. تحت شرایط تکرارپذیری، مشاهدات با فرض ثابت بودن عوامل فوق انجام می‌شود و تحت شرایط تجدیدپذیری، مشاهدات در آزمایشگاههای مختلف صورت می‌گیرد به این معنی که نه تنها همه عوامل متغیر ذکر شده در مقدمه بلکه سایر عوامل ناشی از اختلاف بین مدیریت و نگهداری آزمایشگاهها، بازبینی پایداری مشاهدات و غیره نیز تاثیر گذار هستند.

۲-۶-۱۴ در بعضی موارد در نظر گرفتن شرایط دقت میانی می‌تواند مفید باشد، در این حالت مشاهدات در یک آزمایشگاه انجام می‌شود ولی یک یا چند عامل نظیر زمان، کاربر یا تجهیزات می‌تواند تغییر کند. در تعیین دقت روش اندازه‌گیری، تعریف شرایط مشاهده مناسب حایز اهمیت است به این معنی که آیا سه

عامل فوق باید ثابت باشد یا خیر. علاوه بر این، اندازه تغییرپذیری ناشی از هر عامل بستگی به روش اندازه‌گیری خواهد داشت. به عنوان مثال در آنالیز شیمیایی عواملی نظیر «کاربر» و «زمان» ممکن است غالب باشند، در حالیکه در میکروآنالیز عواملی چون «تجهیزات» و «محیط» و در آزمونهای فیزیکی عوامل «تجهیزات» و «کالیبراسیون» می‌توانند غالب باشند.

مدل آماری

۵

مدل پایه

۱-۵

در برآورد درستی (صحت و دقت) یک روش اندازه‌گیری، بهتر است هر نتیجه آزمون (y)، مجموع سه مؤلفه فرض شود.

$$y = m + B + e \quad (1)$$

که در آن، برای یک نمونه آزمون خاص:

m میانگین کل (امید ریاضی)

B مؤلفه اریبی آزمایشگاه تحت شرایط تکرارپذیری

e خطای تصادفی در هر اندازه‌گیری تحت شرایط تکرارپذیری

میانگین کل m

۱-۱-۵

۱-۱-۱-۵ میانگین کل (m) عبارت است از سطح آزمون، نمونه‌هایی با درجات خلوص مختلف از یک ماده شیمیایی یا مواد مختلف (مانند انواع فولادها) مطابق با سطوح مختلف هستند. در اغلب موارد فنی، سطح آزمون صرفاً توسط روش اندازه‌گیری تعریف می‌شود و دستیابی به یک مقدار واقعی مستقل در عمل امکان پذیر نیست با این وجود در بعضی موارد نظیر غلظت واقعی محلول تیترا شده می‌توان تا حد امکان به مقدار واقعی (μ) نزدیک شد. مقدار (m) لزوماً با مقدار واقعی (μ) برابر نیست.

۲-۱-۱-۵ هنگام امتحان اختلاف بین نتایج آزمون حاصل از روش اندازه‌گیری یکسان، اریبی روش

اندازه‌گیری تأثیری ندارد و می‌توان از آن صرف‌نظر نمود. با این وجود، هنگام مقایسه نتایج آزمون با یک

مقدار مشخص شده در یک قرارداد و یا یک استاندارد که در آن به مقدار واقعی (μ) اشاره می‌کند (و نه به «سطح آزمون» (m)) یا هنگام مقایسه نتایجی که از روشهای اندازه‌گیری مختلفی بدست آمده‌اند، اریبی روش اندازه‌گیری باید در نظر گرفته شود. در صورت آگاهی از مقدار واقعی و دسترسی به یک ماده مرجع مناسب، اریبی روش اندازه‌گیری بر اساس استاندارد ملی ایران ... تعیین می‌شود^۱.

۲-۱-۵

عبارت B

۱-۲-۱-۵ عبارت B طی آزمونهایی که تحت شرایط تکرارپذیری انجام می‌گیرد، ثابت فرض می‌شود اما مقدار آن برای آزمونهایی که تحت شرایط دیگری انجام می‌شوند، فرق می‌کند. اگر نتایج آزمون همیشه بین دو آزمایشگاه یکسان مقایسه می‌گردد ضروری است که اریبی نسبی آنها از طریق مقدار اریبی هر آزمایشگاه و بر اساس آزمایش درستی و یا با انجام آزمایش اختصاصی بین دو آزمایشگاه تعیین شود. به هر حال، برای اظهار نظر کلی در خصوص تفاوت‌های بین دو آزمایشگاه غیر مشخص و یا هنگام انجام مقایسه بین دو آزمایشگاهی که اریبی آنها محاسبه نشده است، در اینصورت یک توزیع کلی از مؤلفه‌های اریبی آزمایشگاه حتماً باید در نظر گرفته شود. این مسأله منطقی است که دلالت بر تجدید پذیری می‌کند. در استاندارد ملی ایران ... تابع توزیع مؤلفه‌های اریبی آزمایشگاه تقریباً نرمال فرض شده است^۲، اما در عمل این مؤلفه‌ها را برای کثیری از توزیع‌ها در صورتی که تک مدی^۳ باشند می‌توان بکار برد.

۲-۲-۱-۵ واریانس B که واریانس بین آزمایشگاهی نامیده می‌شود به صورت زیر بیان می‌گردد:

$$\text{var}(B) = \sigma_L^2 \quad (2)$$

که در آن، σ_L^2 تغییر پذیری‌های «بین دستگاهی» و «بین کاربران» را شامل می‌شود. در آزمایش دقت که در استاندارد ملی ایران ... توضیح داده شده است^۴، این مؤلفه‌ها تفکیک نشده‌اند. روشهای اندازه‌گیری بعضی از مؤلفه‌های تصادفی B در استاندارد ملی ایران ... داده شده است^۵.

۱- تا تدوین استاندارد ملی به استاندارد ISO 5725-4 مراجعه شود.

۱- تا تدوین استاندارد ملی به استاندارد ISO 5725-2 مراجعه شود.

2- Unimodal

۳- تا تدوین استاندارد ملی به استاندارد ISO 5725-2 مراجعه شود.

۴- تا تدوین استاندارد ملی به استاندارد ISO 5725-3 مراجعه شود.

۳-۲-۱-۵ به طور کلی B را می توان بعنوان مجموع مؤلفه های سیستماتیک و تصادفی در نظر گرفت. فهرست کامل عواملی که در عبارت B تاثیر گذارند در این استاندارد ارائه نشده است، اما این عوامل می توانند شرایط مختلف آب و هوایی، تغییرات تجهیزات در محدوده رواداری سازنده و حتی فنون مختلفی که کاربران در مکانهای مختلف آموزش دیده اند را شامل شود.

۳-۱-۵ خطا e

۱-۳-۱-۵ این عبارت نشان دهنده خطای تصادفی است که در هر نتیجه آزمون و روش اجرایی رخ می دهد. در استاندارد ملی ایران ... تابع توزیع این خطاهای متغیر تقریباً نرمال فرض شده است^۱. اما در عمل این خطا برای تعداد زیادی از توزیع های «تک مدی» می تواند بکار برده شود.

۲-۳-۱-۵ واریانس یک آزمایشگاه تحت شرایط تکرارپذیری، واریانس درون آزمایشگاهی نامیده می شود و به صورت زیر بیان می گردد:

$$\text{var}(e) = \sigma_W^2 \quad (۳)$$

۳-۳-۱-۵ σ_W^2 در آزمایشگاههای مختلف می تواند مقادیر مختلفی داشته باشد که این اختلاف ناشی از عواملی نظیر مهارت کاربران است اما در این استاندارد فرض بر این است که برای روش اندازه گیری استاندارد شده چنین اختلافات بین آزمایشگاهی کوچک هستند و دستیابی به یک واریانس درون آزمایشگاهی مشترک برای تمام آزمایشگاههایی که از این روش اندازه گیری استفاده می کنند، توجیه پذیر باشد. این مقدار که از طریق میانگین حسابی واریانس های درون آزمایشگاهی بدست می آید، واریانس تکرارپذیری نامیده می شود و به صورت زیر بیان می گردد:

$$\sigma_r^2 = \overline{\text{var}(e)} = \overline{\sigma_W^2} \quad (۴)$$

این میانگین حسابی از تمام آزمایشگاههای شرکت کننده در آزمایش درستی بدست می آید که پس از کنار گذاشتن نقاط دور افتاده باقی مانده اند.

۲-۵ رابطه بین مدل پایه و دقت

۱- تا تدوین استاندارد ملی به استاندارد ISO 5725-2 مراجعه شود.

۱-۲-۵ اگر مدل پایه در بند فرعی (۱-۵) پذیرفته شود، واریانس تکرارپذیری به طور مستقیم بعنوان واریانس خطا (e) اندازه‌گیری می‌شود اما واریانس تجدیدپذیری بستگی به مجموع واریانس تکرارپذیری و واریانس بین آزمایشگاهی دارد که در بند فرعی ۵-۱-۲-۲ به آن اشاره شده است.

دو کمیت مورد نیاز برای اندازه‌گیری دقت عبارتند از: انحراف معیار تکرارپذیری با رابطه زیر:

$$\sigma_r = \sqrt{\text{var}(e)}$$

و انحراف معیار تجدیدپذیری با رابطه زیر:

$$\sigma_R = \sqrt{\sigma_L^2 + \sigma_r^2} \quad (6)$$

۳-۵ مدل‌های جایگزین

در صورت مقتضی، می‌توان از تعمیم مدل پایه که در سری استاندارد ملی ... شرح داده شده است، استفاده کرد.

۶ ملاحظات در طرح آزمایش برآورد درستی

۱-۶ طرح ریزی یک آزمایش درستی

۱-۱-۶ طرح ریزی واقعی آزمایش برای برآورد دقت و / یا صحت روش اندازه‌گیری استاندارد وظیفه هیأتی از کارشناسان آشنا به روش اندازه‌گیری و کاربرد آن، می‌باشد. حداقل یک نفر از اعضای هیأت باید تجربه طرح آماری و تحلیل آزمایش‌ها را داشته باشد.

۲-۱-۶ سؤالات زیر هنگام طرح آزمایش باید مد نظر قرار گیرد:

الف- آیا استاندارد مطلوبی برای روش اندازه‌گیری وجود دارد؟

ب- چه تعداد آزمایشگاه باید در این آزمایش مشارکت کنند؟

پ- الزاماتی که آزمایشگاههای شرکت کننده باید برآورده کنند چیست؟

ت- در عمل، این آزمایش با چه گستره‌ای از سطوح مواجه است؟

ج- چه تعدادی از سطوح باید در آزمایش مورد استفاده قرار گیرد؟

ح- برای ارائه این سطوح چه موادی مناسب هستند؟ و چگونه باید آنها را تهیه کرد؟

د- آزمایش چند بار باید تکرار شود؟

ر- جدول زمانی برای انجام تمام اندازه‌گیری‌ها چیست؟

ز- آیا مدل پایه (۱-۵) مناسب است یا باید اصلاح شود؟

س- آیا اقدامات احتیاطی ویژه‌ای جهت حصول اطمینان از اینکه مواد یکسان در تمام آزمایشگاهها به

صورت یکسان اندازه‌گیری می‌شود، لازم است؟

این سؤالات در بندهای فرعی ۲-۶ تا ۴-۶ در نظر گرفته شده‌اند.

۲-۶ روش اندازه‌گیری استاندارد

طبق بند فرعی (۱-۴) روش اندازه‌گیری تحت بررسی باید استاندارد شده باشد. این روش باید

چنان نیرومند باشد که تغییرات کوچک در آن منجر به تغییرات بزرگ ناخواسته در نتایج نگردد. در غیر این

صورت اخطار یا هشدار مناسب باید وجود داشته باشد. همچنین بهتر است در فرآیند تدوین روش

اندازه‌گیری استاندارد تمام تلاشها بر حذف و یا کاهش اریبی باشد. روشهای اجرایی مشابهی را می‌توان در

اندازه‌گیری صحت و دقت روشهای اندازه‌گیری موجود و نیز روشهای اندازه‌گیری استاندارد شده جدید

بکار برد. در مورد روش جدید نتایج بدست آمده باید بعنوان برآوردهای اولیه منظور گردد. زیرا صحت و

دقت با کسب تجربه توسط آزمایشگاهها می‌تواند تغییر کند. روش اندازه‌گیری باید واضح و کامل باشد. کلیه

اقدامات ضروری در ارتباط با شرایط محیطی روش اجرایی، معرفیها و تجهیزات، باز بینی اولیه تجهیزات و

آماده سازی نمونه آزمون باید در روش اندازه‌گیری ذکر شود و در صورت امکان به سایر روشهای اجرایی

مکتوب که در دسترس کاربران می‌باشد، اشاره شود. روش محاسبه و بیان نتیجه آزمون باید بطور دقیق

مشخص شود و همه ارقام معنی‌دار را که باید گزارش شوند، دربر گیرد.

۳-۶ انتخاب آزمایشگاهها برای آزمایش درستی

۱-۳-۶ انتخاب آزمایشگاهها

از دیدگاه آماری آزمایشگاههایی که در آزمایش برآورد درستی شرکت می‌کنند باید بطور تصادفی از میان

همه آزمایشگاههایی که از روش اندازه‌گیری استاندارد استفاده می‌کنند، انتخاب شوند. داوطلبان نماینده

واقعی کل جامعه آزمایشگاهی نیستند. به هر حال ملاحظات عملی دیگری نظیر الزام توزیع آزمایشگاهها در مناطق آب و هوایی و اقلیمی مختلف، می‌تواند بر انتخاب آزمایشگاه تاثیر بگذارد.

آزمایشگاههای شرکت کننده نباید منحصرأ شامل آزمایشگاههایی باشند که در طی فرآیند استاندارد کردن روش، تجربه خاصی را کسب کرده‌اند همچنین برای تعیین درستی نباید از آزمایشگاههای مرجع تخصصی بدلیل بالا بودن سطح آن استفاده کرد. تعداد آزمایشگاههای شرکت کننده در یک آزمایش بین آزمایشگاهی مشترک و تعداد نتایج آزمون مورد نیاز در هر سطح از آزمون به همدیگر وابسته هستند. راهنمای مربوط به تعداد آزمایشگاهها در بند فرعی (۶-۳-۲) تا (۶-۳-۴) داده شده است.

۶-۳-۲ تعداد آزمایشگاههای مورد نیاز جهت برآورد دقت

۶-۳-۲-۱ در معادلات (۲) تا (۶) از بند ۵، کمیت‌های مختلفی که با نماد σ نمایش داده شده است، انحراف معیارهای واقعی هستند که مقادیر آنها نامعلوم است و از طریق آزمایش دقت قابل برآورد هستند. پس از برآورد انحراف معیار واقعی (σ)، دامنه تغییرات σ رسم می‌گردد، مقدار برآورد شده (S) می‌تواند در این گستره قرار گیرد. این یک مسئله آماری شناخته شده است که با استفاده از تابع توزیع خسی دو حل می‌شود^۱ و بر اساس تعداد نتایجی است که در برآورد S بدست آورده است. رابطه‌ای که اغلب مورد استفاده قرار می‌گیرد عبارت است از:

$$P[-A < \frac{S - \sigma}{\sigma} < +A] = P \quad (7)$$

A اغلب به صورت درصد بیان می‌شود و نشان دهنده این مسئله است که برآوردهای انحراف معیار (S) با احتمال P می‌تواند در محدوده A در دو طرف مقدار واقعی انحراف معیار (σ) قرار گیرد.

۶-۳-۲-۲ در یک سطح آزمون، عدم قطعیت در انحراف معیار تکرارپذیری به تعداد آزمایشگاهها (p) و تعداد نتایج آزمون (n) در هر آزمایشگاه بستگی دارد. روش اجرایی برای انحراف معیار تجدیدپذیری پیچیده‌تر از حالت قبل است زیرا از دو انحراف معیار (رابطه ۶) در محاسبه آن استفاده می‌شود.

عامل دیگری (γ) که نشاندهنده نسبت انحراف معیار تجدیدپذیری به انحراف معیار تکرارپذیری است نیز مورد نیاز می‌باشد.

$$\gamma = \frac{\sigma_R}{\sigma_r} \quad (8)$$

۳-۲-۳-۶ معادلات تقریبی برای مقادیر A با فرض آنکه سطح احتمال P برابر ۹۵ درصد است در زیر داده شده است. این معادلات برای تعیین تعداد آزمایشگاههای مورد نیاز و تعداد نتایج آزمون حاصل از هر آزمایشگاه در هر سطح در نظر گرفته شده است. این معادلات حدود اطمینان را تعیین نمی کنند و بنابراین نباید طی مرحله تجزیه و تحلیل محاسبه حدود اطمینان، استفاده شوند این معادلات به صورت زیر می باشند:

$$A = A_r = 1/96 \sqrt{\frac{1}{2p(n-1)}} \quad (9) \quad \text{برای تکرارپذیری:}$$

$$A = A_R = 1/96 \sqrt{\frac{p[1+n(\gamma^2-1)]^2 + (n-1)(p-1)}{2\gamma^2 n^2 (p-1)p}} \quad (10) \quad \text{برای تجدیدپذیری:}$$

یادآوری ۲۴- واریانس نمونه با درجه آزادی U و مقدار مورد انتظار σ^2 را می توان تقریباً یک توزیع نرمال با واریانس $\frac{2\sigma^2}{U}$ فرض کرد. معادلات (۹) و (۱۰) با استفاده از فرضیه بالا در خصوص برآورد σ_R و σ_r بدست آمده است. مناسب بودن تقریب در نظر گرفته شده از طریق محاسبات دقیق مورد بازبینی قرار می گیرد.

۳-۲-۳-۶ مقدار γ معلوم نیست اما اغلب برآوردهای اولیه آن از طریق انحراف معیارهای درون آزمایشگاهی و بین آزمایشگاهی که در حین فرآیند استاندارد کردن روش اندازه گیری بدست می آید قابل دسترسی است. مقادیر دقیق درصدی عدم قطعیت انحراف معیارهای تکرارپذیری و تجدیدپذیری با تعداد آزمایشگاهها (p) و تعداد نتایج هر آزمایشگاه (n) در جدول (۱) مشخص و نمودار آن در پیوست ب رسم شده است.

جدول ۱- مقادیر عدم قطعیت برآورد انحراف معیارهای تکرارپذیری و تجدیدپذیری

A_R	A_r	تعداد آزمایشگاهها
-------	-------	-------------------

$\gamma = 0$			$\gamma = 2$			$\gamma = 1$						P
$n=4$	$n=3$	$n=2$	$n=4$	$n=3$	$n=2$	$n=4$	$n=3$	$n=2$	$n=4$	$n=3$	$n=2$	
						۰/۳۲	۰/۳۷	۰/۴۶	۰/۳۶	۰/۴۴	۰/۶۲	
						۰	۰	۰	۰	۰	۰	
						۰/۲۲	۰/۲۶	۰/۳۲	۰/۲۵	۰/۳۱	۰/۴۴	
						۰	۰	۰	۰	۰	۰	
۰/۶۷	۰/۶۷	۰/۶۸	۰/۵۷	۰/۵۸	۰/۶۱	۰/۱۸	۰/۲۱	۰/۲۶	۰/۲۱	۰/۲۵	۰/۳۶	۵
۰/۴۵	۰/۴۵	۰/۴۵	۰/۳۸	۰/۳۹	۰/۴۱	۰	۰	۰	۰	۰	۰	۱۰
۰/۳۶	۰/۳۶	۰/۳۶	۰/۳۰	۰/۳۱	۰/۳۳	۰/۱۶	۰/۱۸	۰/۲۲	۰/۱۸	۰/۲۲	۰/۳۱	۱۵
۰/۳۱	۰/۳۱	۰/۳۱	۰/۲۶	۰/۲۷	۰/۲۸	۰	۰	۰	۰	۰	۰	۲۰
۰/۲۷	۰/۲۸	۰/۲۸	۰/۲۳	۰/۲۴	۰/۲۵	۰/۱۴	۰/۱۶	۰/۲۰	۰/۱۶	۰/۲۰	۰/۲۸	۲۵
۰/۲۵	۰/۲۵	۰/۲۵	۰/۲۱	۰/۲۲	۰/۲۳	۰	۰	۰/۱۸	۰	۰	۰	۳۰
۰/۲۳	۰/۲۳	۰/۲۳	۰/۱۹	۰/۲۰	۰/۲۱	۰/۱۳	۰/۱۵	۰/۱۸	۰/۱۵	۰/۱۸	۰/۲۵	۳۵
۰/۲۲	۰/۲۲	۰/۲۲	۰/۱۸	۰/۱۹	۰/۲۰	۰	۰	۰	۰	۰	۰	۴۰
						۰/۱۲	۰/۱۴	۰/۱۷	۰/۱۴	۰/۱۷	۰/۲۳	
						۰	۰	۰	۰	۰	۰	
						۰/۱۱	۰/۱۳	۰/۱۶	۰/۱۳	۰/۱۶	۰/۲۲	
						۰	۰	۰	۰	۰	۰	

۳-۳-۶ تعداد آزمایشگاههای مورد نیاز برای برآورد اریبی

۱-۳-۳-۶ اریبی روش اندازه گیری (δ) را می توان با استفاده از رابطه زیر برآورده کرد:

$$\hat{\delta} = \bar{y} - \mu \quad (11)$$

که در آن :

\bar{y} = میانگین کل نتایج آزمون حاصل از تمام آزمایشگاهها در یک سطح آزمایش

μ = مقدار مرجع پذیرفته شده

δ = اریبی روش اندازه گیری

$\hat{\delta}$ = برآورد δ

عدم قطعیت این برآورد را می توان با رابطه زیر بیان نمود :

$$P[\delta - A\sigma_R < \hat{\delta} < \delta + A\sigma_R] = 0.95$$

این رابطه نشان می‌دهد که برآورد با احتمال ۹۵ درصد در فاصله ($A\sigma_R$) از مقدار واقعی اریبی روش اندازه‌گیری قرار دارد. بر حسب فاکتور γ (رابطه ۸ را ببینید):

$$A = 1/96 \sqrt{\frac{n(\gamma^2 - 1) + 1}{\gamma^2 pn}} \quad (13)$$

مقادیر A در جدول ۲ آمده است.

جدول ۲- مقادیر عدم قطعیت برآورد اریبی روش اندازه‌گیری (A)

مقدار A									تعداد آزمایشگاهها p
$\gamma = 0$			$\gamma = 2$			$\gamma = 1$			
$n=4$	$n=3$	$n=2$	$n=4$	$n=3$	$n=2$	$n=4$	$n=3$	$n=2$	
۰/۸۶	۰/۸۶	۰/۸۷	۰/۷۹	۰/۸۰	۰/۸۲	۰/۴۴	۰/۵۱	۰/۶۲	۵
۰/۶۱	۰/۶۱	۰/۶۱	۰/۵۶	۰/۵۷	۰/۵۸	۰/۳۱	۰/۳۶	۰/۴۴	۱۰
۰/۵۰	۰/۵۰	۰/۵۰	۰/۴۶	۰/۴۶	۰/۴۷	۰/۲۵	۰/۲۹	۰/۳۶	۱۵
۰/۴۳	۰/۴۳	۰/۴۳	۰/۴۰	۰/۴۰	۰/۴۱	۰/۲۲	۰/۲۵	۰/۳۱	۲۰
۰/۳۹	۰/۳۹	۰/۳۹	۰/۳۵	۰/۳۶	۰/۳۷	۰/۲۰	۰/۲۳	۰/۲۸	۲۵
۰/۳۵	۰/۳۵	۰/۳۵	۰/۳۲	۰/۳۳	۰/۳۳	۰/۱۸	۰/۲۱	۰/۲۵	۳۰
۰/۳۳	۰/۳۳	۰/۳۳	۰/۳۰	۰/۳۰	۰/۳۱	۰/۱۷	۰/۱۹	۰/۲۳	۳۵
۰/۳۱	۰/۳۱	۰/۳۱	۰/۲۸	۰/۲۸	۰/۲۹	۰/۱۵	۰/۱۸	۰/۲۲	۴۰

۶-۳-۳-۲ اریبی آزمایشگاه (Δ) در حین آزمایش از رابطه زیر برآورد می‌شود:

$$\hat{\Delta} = \bar{y} - \mu$$

که در آن:

\bar{y} = میانگین حسابی تمام نتایج حاصل از آزمایشگاه در یک سطح خاص آزمایش

μ = مقدار مرجع پذیرفته شده

Δ = اریبی آزمایشگاه

$\hat{\Delta}$ = برآورد Δ

عدم قطعیت این برآورد را می‌توان با رابطه زیر بیان نمود :

$$P[\Delta - A_W \sigma_r < \hat{\Delta} < \Delta + A_W \sigma_r] = 0.95 \quad (15)$$

این رابطه نشان می‌دهد که برآورد با احتمال ۹۵ درصد در فاصله $(A_W \sigma_r)$ از مقدار واقعی اریبی آزمایشگاه قرار دارد. در اینجا عدم قطعیت درون آزمایشگاهی به صورت زیر می‌باشد :

$$A_W = \frac{1.96}{\sqrt{n}} \quad (16)$$

مقادیر A_W در جدول ۳ آمده است.

جدول ۳- مقادیر عدم قطعیت برآورد اریبی درون آزمایشگاهی (A_W)

مقدار A_W	تعداد نتایج آزمون n
۰/۸۸	۵
۰/۶۲	۱۰
۰/۵۱	۱۵
۰/۴۴	۲۰
۰/۳۹	۲۵
۰/۳۶	۳۰
۰/۳۳	۳۵
۰/۳۱	۴۰

۴-۳-۶ عوامل موثر در انتخاب آزمایشگاهها

تعداد آزمایشگاهها با در نظر گرفتن دو عامل، «تعداد آزمایشگاههای قابل دسترس» و «میزان عدم قطعیت مورد نظر» انتخاب می‌شود. از شکلهای (ب-۱) و (ب-۲) پیوست ب چنین برمی‌آید که برآورد انحراف معیارهای تکرارپذیری و تجدیدپذیری اگر تنها تعداد کمی ($p \approx 5$) از آزمایشگاهها در آزمایش دقت شرکت کنند، به طور محسوسی با مقادیر واقعی خود تفاوت خواهند داشت. همچنین این شکلهای نشان می‌دهند که اگر p بزرگتر از ۲۰ باشد افزایش تعداد آزمایشگاهها با ضرایب دو یاسه به کاهش کمی در عدم قطعیت

برآوردها منجر می‌شود. معمولاً تعداد p بین ۸ و ۱۵ انتخاب می‌شود. از آنجایی که اغلب σ_L بزرگتر از σ_r است (به این معنی که $\gamma > 2$) با افزایش تعداد نتایج آزمون بیش از $n=2$ برای هر آزمایشگاه در هر سطح، عدم قطعیت بین آزمایشگاهی کاهش چندانی نخواهد داشت.

۴-۶ انتساب مواد مورد استفاده در آزمایش درستی

۱-۴-۶ مواد مورد استفاده در آزمایش تعیین درستی روش اندازه‌گیری باید کاملاً با مواد بکار رفته در استفاده عادی مشابه باشد. به عنوان یک قاعده کلی، برای پوشش دادن گستره وسیعی از سطوح که قادر به تامین درستی مناسبی باشد، معمولاً پنج نمونه مختلف کافی است. اگر در روش اندازه‌گیری جدید احتمال اصلاحاتی در آینده وجود دارد می‌توان تعداد سطوح کمتری را در بررسی اولیه در نظر گرفت و سپس آزمایشهای درستی را مطابق این استاندارد انجام داد.

۲-۴-۶ اگر اندازه‌گیری‌ها روی نمونه‌های مجزایی انجام می‌شود که اندازه‌گیری بر آنها تاثیر نمی‌گذارد می‌توان همان نمونه را به آزمایشگاههای مختلف ارسال کرد، اما این خطر وجود دارد که در طی حمل آسیب ببیند. اگر نمونه‌های مختلف در آزمایشگاههای مختلف مورد استفاده قرار می‌گیرد باید عملاً یکسان باشند.

۳-۴-۶ در انتخاب مواد برای ارائه سطوح مختلف، این موضوع باید در نظر گرفته شود که آیا مواد قبل از آماده کردن نمونه‌ها جهت ارسال باید همگن شوند یا آنکه اثرات ناهمگنی باید در مقادیر درستی لحاظ شود.

۴-۴-۶ اگر اندازه‌گیری‌ها روی مواد جامد ناهمگن انجام شود (مانند فلزات، لاستیک یا منسوجات) و اگر تکرار اندازه‌گیری‌ها روی همان نمونه امکانپذیر نباشد، ناهمگنی ماده آزمون باید در تعیین دقت اندازه‌گیری بعنوان یک عامل اصلی در نظر گرفته شود، بنابراین استفاده از فرض ماده یکسان منتفی است. با این وجود آزمایش‌های دقت را هنوز هم می‌توان انجام داد اما مقادیر دقت فقط برای ماده خاصی که استفاده شده است معتبر می‌باشد و باید همانگونه گزارش شود. استفاده از این روش تعیین دقت به صورت تمام وقتی قابل قبول است که بتوان اثبات کرد که مقادیر مربوط به مواد تولید شده در زمانهای مختلف و یا سازندگان مختلف تغییرات قابل ملاحظه‌ای ندارند. این امر نیاز به انجام آزمایش پیچیده‌تری نسبت به آنچه در این استاندارد آمده است دارد.

۵-۴-۶ به طور کلی در خصوص آزمونهای مخرب، تغییرپذیری در نتایج آزمون که ناشی از اختلاف بین نمونه‌های مورد اندازه‌گیری است. باید در مقایسه با تغییرپذیری خود روش اندازه‌گیری قابل صرف نظر کردن باشد، یا جزیی از تغییرپذیری روش اندازه‌گیری محسوب شود و بنابراین یکی از مؤلفه‌های دقت خواهد بود.

۶-۴-۶ اگر مواد مورد اندازه‌گیری نسبت به زمان تغییر کنند، این تغییرات بر حسب زمان در کل زمان آزمایش باید بحساب آید. در بعضی موارد ذکر زمان اندازه‌گیری توصیه می‌شود.

۷-۴-۶ در تمام موارد بالا، در اندازه‌گیری هایی که در آزمایشگاههای مختلف انجام می‌شود به حمل نمونه‌های آزمون به آزمایشگاه اشاره می‌شود. اما بعضی از نمونه‌های آزمون مانند مخازن ذخیره نفت قابل حمل نیستند. در چنین مواردی کاربران آزمایشگاههای مختلف همراه با تجهیزات خود به محل آزمون اعزام می‌شوند. در مواردی که کمیت مورد اندازه‌گیری مانند جریان آب رودخانه گذرا یا تغییرپذیر است اندازه‌گیری‌های مختلف تا حد امکان باید تحت شرایط مشابهی انجام گیرد. این اصل اساسی باید مد نظر قرار گیرد که هدف. تعیین قابلیت تکرار همان اندازه‌گیری است.

۸-۴-۶ برقراری مقادیر دقت برای یک روش اندازه‌گیری مستلزم آن است که دقت مستقل از مواد تحت آزمون باشد یا در صورت وابستگی به مواد، این امر قابل پیش‌بینی باشد. با بعضی از روشهای اندازه‌گیری ذکر دقت فقط در ارتباط با یک یا چند رده خاص ماده مورد آزمون امکان‌پذیر است. این اطلاعات فقط یک راهنمای تقریبی برای دقت در کاربردهای دیگر است. در بسیاری از موارد دقت بستگی زیادی به سطح آزمون دارد و بنابراین تعیین دقت مستلزم برقراری رابطه‌ای بین دقت و سطح آزمون است بنابراین توصیه می‌شود هنگام اعلام مقادیر دقت برای یک روش اندازه‌گیری استاندارد، ماده بکار رفته در آزمایش دقت به همراه گستره مورد انتظار آن به وضوح مشخص شود.

۹-۴-۶ در ارزیابی صحت، حداقل یکی از مواد مورد استفاده باید دارای مقدار مرجع پذیرفته شده باشد. اگر احتمال تغییر صحت با تغییر سطح وجود داشته باشد، مواد با مقادیر مرجع پذیرفته در چند سطح مختلف مورد نیاز خواهد بود.

۷ بکارگیری داده‌های درستی

۱-۷ اعلام مقادیر صحت و دقت

۱-۱-۷ اگر هدف از آزمایش دقت، بدست آوردن برآوردهایی از انحراف معیارهای تکرارپذیری و تجدیدپذیری تحت شرایط تعریف شده بندهای فرعی (۳-۱۴) و (۱۳-۱۸) باشد، در آن صورت مدل پایه در بند فرعی (۵-۱) باید مورد استفاده قرار گیرد. استاندارد ملی ایران ... روش مناسبی جهت برآورد این انحراف معیارها ارائه می‌کند^۱ و یا می‌توان از مدل جایگزین و روش‌های ارائه شده در استاندارد ملی ایران ... استفاده شود^۲. اگر هدف بدست آوردن برآوردهای میانی دقت باشد، مدل جایگزین و روشهای ارائه شده در استاندارد ملی ایران ... مورد استفاده قرار می‌گیرد^۳.

۲-۱-۷ اگر اریبی روش اندازه‌گیری تعیین شده است باید هنگام اعلام آن مرجعی که با آن اریبی تعیین شده است ذکر گردد. اگر اریبی با تغییر سطح آزمون تغییر کند اریبی باید به صورت جدولی حاوی سطح آزمون، اریبی تعیین شده و مرجع بکار رفته در تعیین اریبی، اعلام شود.

۳-۱-۷ در آزمایش بین آزمایشگاهی برای برآورد صحت یادقت، هر یک از آزمایشگاههای شرکت کننده در آزمایش بهتر است از مؤلفه اریبی خود نسبت به میانگین کل تعیین شده از طریق آزمایش آگاه شود. اگر آزمایشات مشابهی در آینده انجام می‌شوند، از این اطلاعات می‌توان استفاده کرد اما برای اهداف کالیبراسیون نباید از آنها استفاده کرد.

۴-۱-۷ انحراف معیارهای تکرارپذیری و تجدیدپذیری برای هر یک از روشهای اندازه‌گیری استاندارد باید مطابق بندهای ۲ تا ۴ این استاندارد محاسبه گردد و بهتر است به عنوان جزئی از روش اندازه‌گیری استاندارد تحت عنوان دقت اعلام گردد. این عنوان همچنین ممکن است حدود تکرارپذیری و تجدیدپذیری (R, r) را نشان دهد. اگر دقت با تغییر سطح آزمون تغییر نکند مقدار میانگین برای هر حالت داده می‌شود، در

۱- تا تدوین استاندارد ملی به استاندارد ISO 5725-2 مراجعه شود.

۲- تا تدوین استاندارد ملی به استاندارد ISO 5725-5 مراجعه شود.

۳- تا تدوین استاندارد ملی به استاندارد ISO 5725-3 مراجعه شود.

غیر این صورت انحراف معیار به صورت جدولی مشابه جدول ۴ اعلام می‌گردد. انحراف معیار را همچنین می‌توان بصورت یک رابطه ریاضی بیان کرد. اندازه‌های میانی دقت بهتر است به شکل مشابه ارائه گردد.

جدول ۴- نمونه‌ای از روش گزارش انحراف معیارها

انحراف معیار تجدیدپذیری S_R	انحراف معیار تکرارپذیری S_r	گستره یا سطح
		از ۰۰۰ تا ۰۰۰
		از ۰۰۰ تا ۰۰۰
		از ۰۰۰ تا ۰۰۰
		از ۰۰۰ تا ۰۰۰

۵-۱-۷ تعاریف شرایط تکرارپذیری و تجدیدپذیری (۳-۱۴ و ۳-۱۸) باید در بند دقت ارائه شود. اگر اندازه‌های میانی دقت داده می‌شود باید به عواملی که می‌توانند تغییر کنند (زمان، کاربران، تجهیزات) توجه شود. اگر حدود تکرارپذیری و تجدیدپذیری داده می‌شود باید با اضافه کردن چند عبارت آنها را به اختلافات بین نتایج آزمون و سطح احتمال ۹۵ درصد مرتبط کرد. عبارات پیشنهادی بشرح زیر است:

در حالت عادی و در صورت اجرای صحیح روش (اندازه‌گیری)، اختلاف بین دو نتیجه آزمون حاصل از مواد آزمون یکسان که توسط یک کاربر و با استفاده از ابزار یکسان در کوتاهترین فاصله زمانی ممکن انجام شود. بطور متوسط بیش از یک مورد در هر بیست مورد از حد تکرارپذیری بیشتر نخواهد شد.

در حالت عادی و در صورت اجرای صحیح روش (اندازه‌گیری)، نتایج آزمون گزارش شده توسط دو آزمایشگاه در مورد مواد آزمون یکسان بطور متوسط بیش از یک مورد در هر بیست مورد از حد تجدیدپذیری اختلاف نخواهد داشت.

از بیان واضح نتیجه آزمون با ارائه شماره بند استاندارد روش اندازه‌گیری یا هر روش دیگر اطمینان حاصل کنید.

۶-۱-۷ بطور کلی، بهتر است ذکر مختصری از آزمایش درستی به انتهای بخش دقت اضافه شود. عبارات پیشنهادی به شرح زیر می‌باشد:

داده های درستی که از ساماندهی و تحلیل آزمایش مطابق استاندارد ملی ...^۱ تعیین می شوند شامل (P) آزمایشگاه و (q) سطح است. داده های (...) آزمایشگاه شامل مقادیر پرت می باشد. مقادیر پرت در محاسبه انحراف معیار تکرارپذیری و انحراف معیار تجدیدپذیری در نظر گرفته نمی شوند بهتر است شرحی از مواد مورد استفاده در آزمایش درستی به ویژه اگر صحت یا دقت به مواد وابسته اند، اضافه شود.

۲-۷ کاربردهای عملی مقادیر صحت و دقت

جزئیات کاربردهای عملی مقادیر صحت و دقت در استاندارد ملی ایران ... آمده است^۱. اما مثالهایی در زیر ارائه می شود.

۱-۲-۷ بازبینی قابلیت پذیرش نتایج آزمون

ویژگی یک محصول را می توان با تکرار اندازه گیری ها تحت شرایط تکرارپذیری بدست آورد در این شرایط برای بازبینی قابلیت پذیرش نتایج آزمون و تصمیم گیری در مورد اقدام مناسب در صورت عدم پذیرش نتایج می توان از انحراف معیار تکرارپذیری استفاده کرد. اگر اندازه گیری حاصل توسط تأمین کننده و خریدار برای یک ماده یکسان با هم تفاوت داشته باشد، می توان از انحراف معیار تکرارپذیری و تجدیدپذیری جهت تصمیم گیری درخصوص اینکه اندازه اختلاف در حد مورد انتظار با این روش اندازه گیری است، استفاده نمود.

۲-۲-۷ پایداری نتایج آزمون در یک آزمایشگاه

با انجام اندازه گیری های منظم روی مواد مرجع، هر آزمایشگاه می تواند پایداری نتایج خود را مورد بازبینی قرار داده و مدرکی مبنی بر صلاحیت و شایستگی خود با توجه به اریبی و تکرارپذیری آزمون خود ارائه دهد.

۳-۲-۷ ارزیابی عملکرد آزمایشگاه

برنامه های تایید صلاحیت آزمایشگاهها به طور روزافزونی در حال گسترش است. با آگاهی از صحت و دقت یک روش اندازه گیری، می توان اریبی و تکرارپذیری آزمایشگاه داوطلب را با استفاده از مواد مرجع و یا آزمایش بین آزمایشگاهی ارزیابی نمود.

۱- تا تدوین استاندارد ملی به استاندارد *ISO 5725-6* مراجعه شود.

۷-۲-۴ مقایسه روشهای اندازه‌گیری جایگزین

برای اندازه‌گیری یک کمیت مشابه، دو روش اندازه‌گیری مختلف می‌تواند در دسترس باشد که یکی ساده‌تر و ارزان‌تر از دیگری است اما کاربرد آن چندان عمومی نیست از مقادیر صحت و دقت می‌توان برای قضاوت درباره بکارگیری روش ارزان‌تر در بعضی از گستره‌های محدود استفاده کرد.

پیوست الف

نمادها و اختصارات مورد استفاده

(الزامی)

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 نشان‌دهنده 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 ... مؤلفه‌های B که نشان دهنده عواملی هستند که در شرایط دقت میانی تغییر می‌کنند.
- C عرض از مبدا در رابطه $lgs=c+d lgm$
- 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 دامنه بحرانی برای احتمال P
- d شیب رابطه $lgs=c+d lgm$
- e مؤلفه‌ای از نتیجه آزمون که نشان دهنده خطای تصادفی رخ داده در هر نتیجه آزمون می‌باشد.
- f فاکتور دامنه بحرانی
- $F_P(v_2, v_1)$ 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 (به عنوان حد اخطار هم بکار می‌رود)
- 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 بدست 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	مجموع یا مقدار کل کمیت بیان شده
t	تعداد موضوعات و یا گروههای مورد آزمایش
UCL	حد بالایی کنترل
W	عامل توزین مورد استفاده در محاسبه یک رگرسیون موزون
w	دامنه تغییرات مجموعه‌ای از نتایج آزمون
x	داده‌های مورد استفاده در آزمون <i>Grubb</i>
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 اریبی های 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 A به روش B

σ مقدار واقعی انحراف معیار

τ مؤلفه‌ای از یک نتیجه آزمون که نشان دهنده تغییرات ناشی از زمان پس از آخرین کالیبراسیون می‌باشد.

ϕ نسبت قابل تشخیص جذر میانگین توان دوم خطاهای بین آزمایشگاهی روش A به روش B

$X_p^*(\nu)$ 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

$I(i)$ نشانگری برای اندازه‌های میانی دقت داخل پراکنش، نشانگر 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 ارزیابی قابل تشخیص

M نمونه بین آزمون

O تفاوت کاربر

P احتمال

r تکرارپذیری

R تجدیدپذیری

T تفاوت زمان

W درون آزمایشگاهی

... ۱،۲،۳ در مورد نتایج آزمون شماره‌گذاری آنها به ترتیب بدست آمدن نتایج

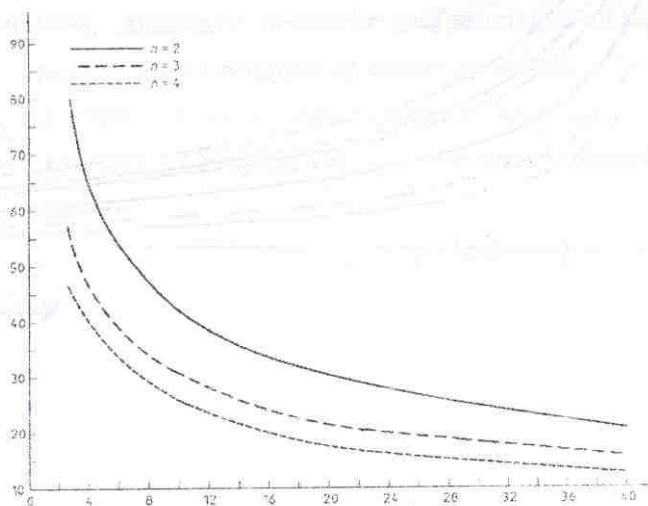
... (۱). (۲). (۳). در مورد نتایج آزمون شماره گذاری آنها به ترتیب افزایش اندازه نتایج

پیوست ب

(الزامی)

نمودارهای عدم قطعیت‌های اندازه‌های دقت

عدم قطعیت بر حسب Sr (%)

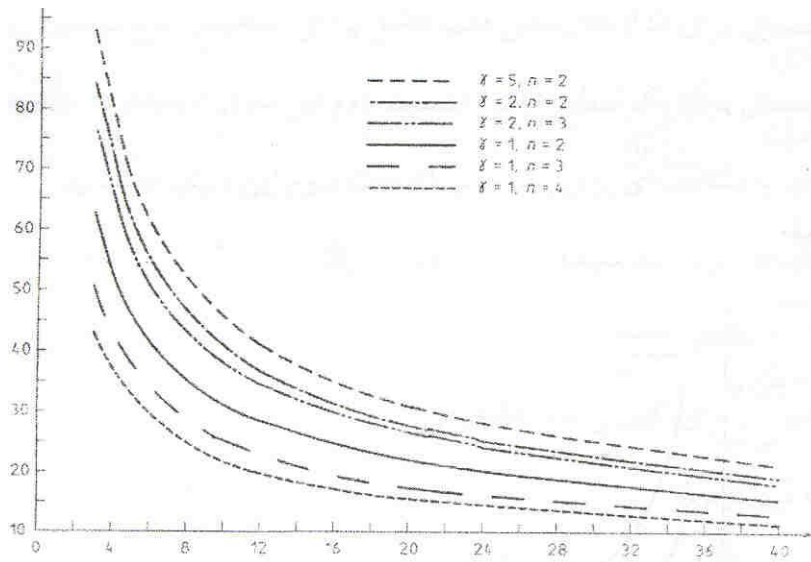


تعداد آزمایشگاهها

شکل ب-۱ - مقداری که انتظار می‌رود در سطح احتمال ۹۵ درصد Sr

با مقدار واقعی اختلاف داشته باشد

عدم قطعیت بر حسب Sr (%)



تعداد آزمایشگاهها

شکل ب-۲ - مقداری که انتظار می رود در سطح احتمال ۹۵ درصد Sr

با مقدار واقعی اختلاف داشته باشد

پیوست پ

مراجع اطلاعاتی

- [1] *ISO 3534-2:1993, Statistics – vocabulary and symbols – part 2: statistical quality control.*
- [2] *ISO 3534-3:1985, Statistics - vocabulary and symbols – part 3: Design of experiments.*
- [3] *ISO 5725-5:199, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – part 5: Alternative methods for the determination of the precision of a standard measurement method.*
- [4] *ISO 5725-6:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – part 6: use in practice of accuracy values.*
- [5] *ISO Guide 33:1989, Use of certified reference materials.*
- [6] *ISO Guide 35:1989, Certification of reference materials – General and statistical principles.*



ISLAMIC REPUBLIC OF IRAN

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

ISIRI NUMBER

7442-1



**Accuracy (trueness and precision) of measurement
methods and results – part 1: General principles
and definitions.+ Cor.1(1998)
1st. Revision**