Eurachem

CITAC

Co-Operation on Intenational Traceability in Analytical Chemistry

استفاده از اطلاعات عدم قطعیت در ارزیـابـی انطـباق

ویرایش اول – ۲۰۰۷

تالیف: کار مشترک EURACHEM و CITAC

Eurachem / CITAC
Co-Operation on International Traceability in Analytical Chemistry

استفاده از اطلاعات عدم قطعیت در ارزیابی انطباق

ویرایش اول - ۲۰۰۷

Editors
S L R Ellison (LGC, UK)
A Williams (UK)

قدردانی

این سند، عمدتاً توسط گروه کاری مشترک EURACHEM/CITAC، با ترکیب نفرات مندرج در ستون سمت راست، تولید شده است. ویراستاران تشکر خود را از تمامی این افراد، سازمان‌ها و دیگر اشخاصی که با پیشنهادات، توصیه‌ها و کمک‌های خود سهمی در این مجموعه داشته‌اند اعلام می‌دارند.

دپارتمان صنعت و تجارت بریتانیا، ضمن عقد قرارداد، به عنوان بخشی از سیستم اندازه‌گیری ملی و برنامه اندازه‌گیری تجزیه‌ای معتبر (VAM)، تا اندازه‌ای در تولید این راهنما نقش داشته است.

ترجمه به فارسی: محمد رحمانی
E-mail: momohumer@yahoo.com

ترجمه این اثر به معلم علم و اخلاق، دکتر سید مهدی گلابی تقدیم می‌شود.

Composition of the Working Group
EURACHEM Members
A Williams *Chairman UK*
S Ellison *Secretary LGC, Teddington, UK*
A Chow Hong-Jiun *Shell Global Solutions International BV*
P Gowik *BVL, Germany*
W Haesselbarth *BAM Germany*
R Kaarls *Nmi, The Netherlands*
R Kaus *Germany*
B Magnusson *SP, Sweden*
P Robouch *IRMM, EU*
M Roesslein *EMPA, Switzerland*
M Walsh *Ireland*
W Wegscheider *University of Leoben, Austria*
R Wood *Food Standards Agency, UK*

CITAC Member
I Kuselman *INPL, Israel*
M Salit *National Institute of Standards and Technology USA*
A Squirrell *NATA, Australia*

فهرست مطالب

۱. مقدمه ۱
۲. دامنه کاربرد ۱
۳. تعاریف ۲
۴. قوانین تصمیم‌گیری و نواحی پذیرش ۲
۵. انتخاب حدود ناحیه پذیرش و رد ۵
۶. تعیین یک مقدار قابل قبول برای u ۵
۷. پیشنهادات ۵
۸. مراجع ۶

پیوست A: تعیین اندازه نوار محافظ ۷
پیوست B: مثال‌ها ۱۲
پیوست C: تعاریف ۱۳

استفاده از اطلاعات عدم قطعیت در ارزیابی انطباق

۱. مقدمه

جهت تصمیم‌گیری در باره این که آیا نتیجه‌ای به انطباق یا عدم انطباق با یک مشخصه اشاره دارد یا خیر، ملاحظه عدم قطعیت اندازه‌گیری در استفاده از آن نتیجه ضروری می‌باشد. شکل ۱، سناریوهای نوعی حاصل مربوط به نتایج اندازه‌گیری برای ارزیابی انطباق با حد بالای مشخصه را (برای مثال، غلظت آنالیت) نشان می‌دهد. خطوط عمودی، عدم قطعیت بسط‌یافته $\pm U$ نتیجه را نشان می‌دهند و منحنی مربوطه نیز به تابع دانسیته احتمال استنباطی مقدار اندازه‌ده اشاره داشته و نشان می‌دهد که احتمال قرارگیری مقدار اندازه‌ده نزدیک به مرکز بازه عدم قطعیت بسط‌یافته خیلی بیشتر از محل قرارگیری آن نزدیک به دو انتهای بازه است. وضعیت حالت‌های (i) و (iv) به طور منطقی آشکار می‌باشد، یعنی نتایج اندازه‌گیری و عدم قطعیت‌هایشان دلیل خوبی را فراهم می‌کنند که مقدار اندازه‌ده به خوبی بالا یا پایین حد قرار می‌گیرند. در وضعیت حالت (ii)، احتمال بالایی وجود دارد که مقدار اندازه‌ده بالای حد واقع شود، هر چند که حد، درون بازه عدم قطعیت بسط‌یافته قرار می‌گیرد. بسته به شرایط و به خصوص بسته به خطرات مرتبط با تصمیم‌گیری غلط، احتمال یک تصمیم نادرست ممکن است به اندازه کافی کم باشد (و یا کم نباشد) که یک تصمیم عدم انطباق را توجیه کند. به طور مشابه در حالت (iii)، احتمال این که مقدار اندازه‌ده پایین حد باشد، ممکن است به اندازه‌ای کافی باشد (و یا کافی نباشد) که توجیهی برای انطباق نتیجه باشد. بدون اطلاعات اضافی که می‌بایست بر اساس خطرات مرتبط با تصمیم‌گیری غلط پایه‌گذاری شوند، امکان استفاده از این دو نتیجه برای تصمیم‌گیری انطباق وجود ندارد.

گر چه راهنماهایی در باره این حالت‌ها وجود دارند، اما معمولاً در مورد اقدام مناسب در حالت‌هایی نظیر (ii) و (iii) تنها به توصیه و مشاوره با مشتری و یا نهاد نظارتی محدود می‌شوند. این سند، راهنمای اضافی در مورد تنظیم معیارهای مناسب برای تصمیم‌های قاطع انطباق درباره نتایج ارائه شده با اطلاعات عدم قطعیت مرتبط را فراهم می‌کند. از آنجا که کارهای زیادی درباره ارزیابی انطباق در دیگر بخش‌ها، به خصوص برای آزمایش محصولات مکانیکی و الکتریکی انجام شده است، این سند نیز از اصول توصیف شده راهنمای موجود برای اندازه‌گیری‌های مهندسی و الکترونیکی، به خصوص اصول توصیف شده در ASME، تبعیّت می‌کند. B89.7.3.1-2001 [۱]

۲. دامنه کاربرد

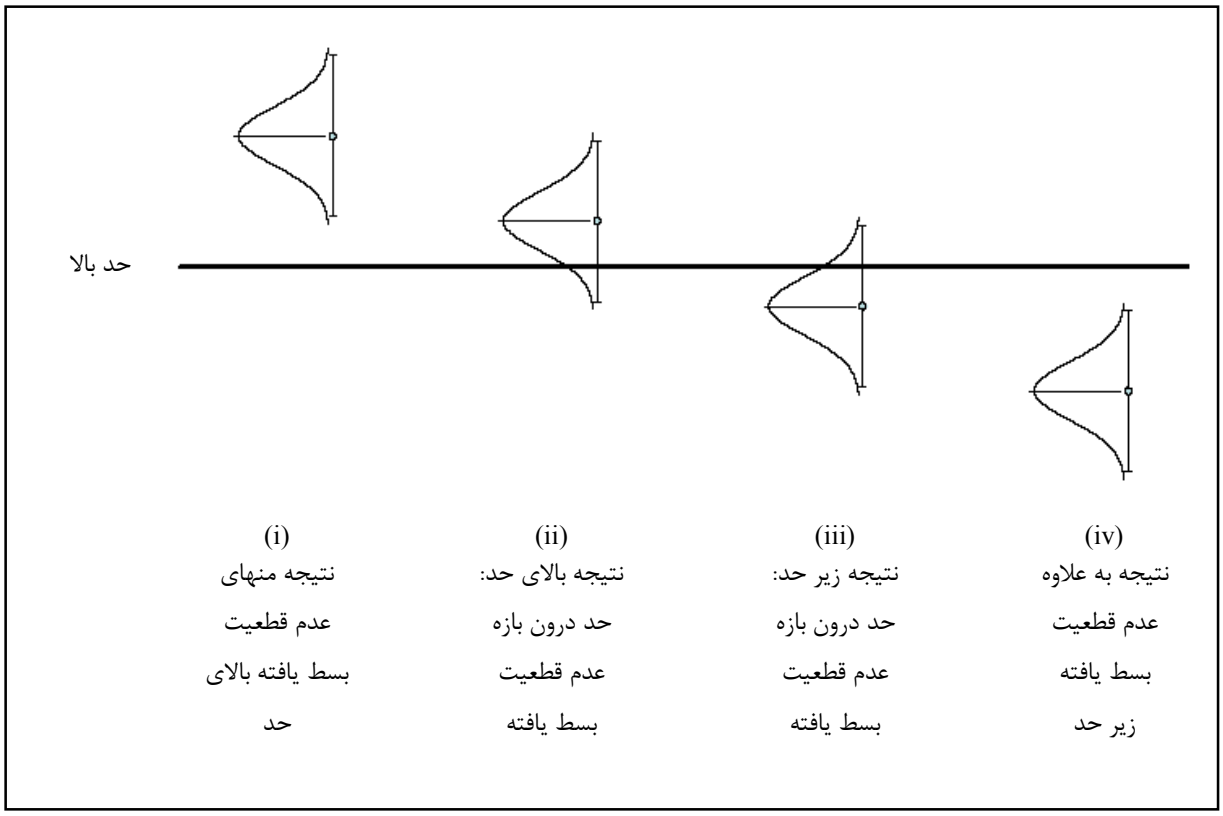
این راهنما برای تصمیم‌گیری‌های انطباق با حدود نظارتی یا تولیدی به کار می‌رود که در آن تصمیم بر اساس نتیجه اندازه‌گیری همراه با اطلاعات عدم قطعیت مرتبط با نتیجه اتخاذ می‌شود. راهنما مواردی را که در آن عدم قطعیت به مقدار اندازه‌ده وابسته نمی‌باشد، و مواردی را که عدم قطعیت متناسب با مقدار اندازه‌ده است را پوشش می‌دهد.

این راهنما فرض می‌کند که عدم قطعیت با متد مناسبی تخمین زده شده که تمام سهم‌های مشارکت‌کننده مرتبط در آن لحاظ شده‌اند. راهنمای لازم درباره متدهای مناسب ارزیابی عدم قطعیت توسط راهنماهای یوراکم[۲] و ایزو[۳] فراهم شده‌اند.

وقتی تصمیم انطباق برای تمام بهر یا بچ آزمایش شده از یک ماده به کار رود، سهم عدم قطعیت اندازه‌گیری حاصل از نمونه‌برداری می‌تواند مهم باشد. هر جا که اندازه‌ده به طور ضمنی به الزام نمونه‌برداری اشاره داشته باشد، این راهنما فرض می‌کند که مؤلفه‌های ناشی از نمونه‌برداری نیز در عدم قطعیت لحاظ شده‌اند. راهنمای بیشتر درباره عدم قطعیت نمونه‌برداری در یک راهنمای جداگانه آورده شده است.[۴]

این سند مواردی که در آن تصمیم‌ها بر پایه اندازه‌ده‌های چندتایی اتخاذ می‌شوند را در بر نمی‌گیرد.

شکل ۱. ارزیابی انطباق با یک حد بالا



۳. تعاریف

اصطلاح‌های استفاده شده در این راهنما عموماً از واژگان بین‌المللی پایه و واژگان عمومی در اندازه‌شناسی (VIM)[5] و راهنمای ISO/IEC، بیان عدم قطعیت در اندازه‌گیری (GUM)[3] تبعیّت می‌کنند. واژگان اضافی دیگر از منبع ASME B89.7.3.1-2001[1] اقتباس شده‌اند.

خلاصه‌ی مهمترین تعاریف استفاده شده در این سند در پیوست C ارائه شده است.

۴. قوانین تصمیم‌گیری و نواحی پذیرش

کلید اصلی ارزیابی انطباق مفهوم «قوانین تصمیم‌گیری» است. این قوانین، توصیه‌های لازم برای پذیرش یا رد یک محصول را بر پایه نتیجه اندازه‌گیری و عدم قطعیتش و حد یا حدود مشخصه و لحاظ کردن سطح قابل قبول احتمال تصمیم‌گیری غلط ارائه می‌کنند. بر اساس قوانین تصمیم‌گیری، یک «ناحیه پذیرش» و یک «ناحیه رد» طوری تعیین می‌شود که اگر نتیجه اندازه‌گیری در ناحیه پذیرش قرار گیرد، محصول منطبق بیان شده و اگر در ناحیه رد قرار بگیرد، محصول نامنطبق بیان خواهد شد.

قانون تصمیم‌گیری که اخیراً به طور گسترده استفاده می‌شود آن است که یک نتیجه اشاره به عدم انطباق با یک حد بالا دارد، به شرطی که مقدار اندازه‌گیری شده با عدم قطعیت بسط‌یافته از حد مربوط تجاوز کند. با این قانون تصمیم‌گیری، تنها حالت (i) در شکل ۱، به عدم انطباق اشاره خواهد داشت.

دیگر قانون تصمیم‌گیری ساده این است که یک نتیجه برابر با یا بالاتر از حد بالا به عدم انطباق اشاره داشته و یک نتیجه زیر حد به انطباق اشاره دارد، به شرطی که عدم قطعیت زیر یک مقدار مشخص باشد. این وضع معمولاً جایی استفاده می‌شود که عدم قطعیت در مقایسه با حدی که خطر تصمیم‌گیری غلط قابل قبول است، خیلی کوچکتر باشد. استفاده از این قانون، بدون تعیین ماکسیمم مقدار مجاز عدم قطعیت بدان معنا خواهد بود که احتمال تصمیم‌گیری غلط ناشناخته باقی خواهد ماند.

به طور کلی قوانین تصمیم‌گیری ممکن است پیچیده‌تر باشند. برای مثال، برای حالت‌های (ii) و (iii) در شکل ۱، آن‌ها ممکن است شامل اندازه‌گیری(های) اضافی باشند و یا ممکن است محصول تولیدی جهت تصمیم‌گیری برای فروش احتمالی با قیمت متفاوت، با یک ویژگی یا مشخصه جایگزین مقایسه شود. الزامات پایه برای تصمیم‌گیری درباره پذیرش یا عدم پذیرش آیتم آزمون یکسان هستند و عبارتند از:

۱. مشخصه‌ای که حدود بالا یا پایین مجاز از ویژگی (اندازه‌ده) کنترل‌شونده را ارائه می‌کند.
۲. یک قانون تصمیم‌گیری که توصیف می‌کند چگونه عدم قطعیت اندازه‌گیری در ارتباط با پذیرش یا رد محصول بر اساس مشخصه و نتیجه اندازه‌گیری لحاظ خواهد شد.
۳. حد (حدود) ناحیه پذیرش یا رد (یعنی گستره‌ی نتایج) به دست آمده از قانون تصمیم‌گیری که وقتی نتیجه اندازه‌گیری درون ناحیه مناسب است، به پذیرش یا رد منجر خواهد شد.

مشخصات یا مقررات محصول می‌بایست به طور ایده‌آل شامل قوانین تصمیم‌گیری باشند. جایی که این حالت وجود نداشته باشد، آنگاه آن‌ها می‌بایست به عنوان بخشی از تعریف الزام تجزیه‌ای (یعنی هنگام بازنگری قرارداد) تنظیم شوند. هنگام گزارش انطباق، قوانین تصمیم‌گیری استفاده شده می‌بایست همیشه به طور شفاف ارائه شوند.

یک قانون تصمیم‌گیری می‌بایست دارای متد مستند مناسب جهت تعیین محل ناحیه‌های پذیرش یا رد باشد که به طور ایده‌آل شامل حداقل سطح قابل قبول احتمال برای قرارگیری مقدار اندازه‌ده درون حدود مشخصات است. قانون ممکن است روش اجرایی لازم جهت اندازه‌گیری‌های تکراری و داده‌های انحرافی را نیز ارائه کند. معمولاً تعیین ناحیه پذیرش/ رد از سوی آزمایشگاه و بر اساس قانون تصمیم‌گیری و اطلاعات در دسترس درباره عدم قطعیت در نتایج اندازه‌گیری انجام می‌شود.

مثالی از یک قانون تصمیم‌گیری کاربردی ارائه شده در دستورالعمل 96/23/EC[۶] به شکل زیر است:

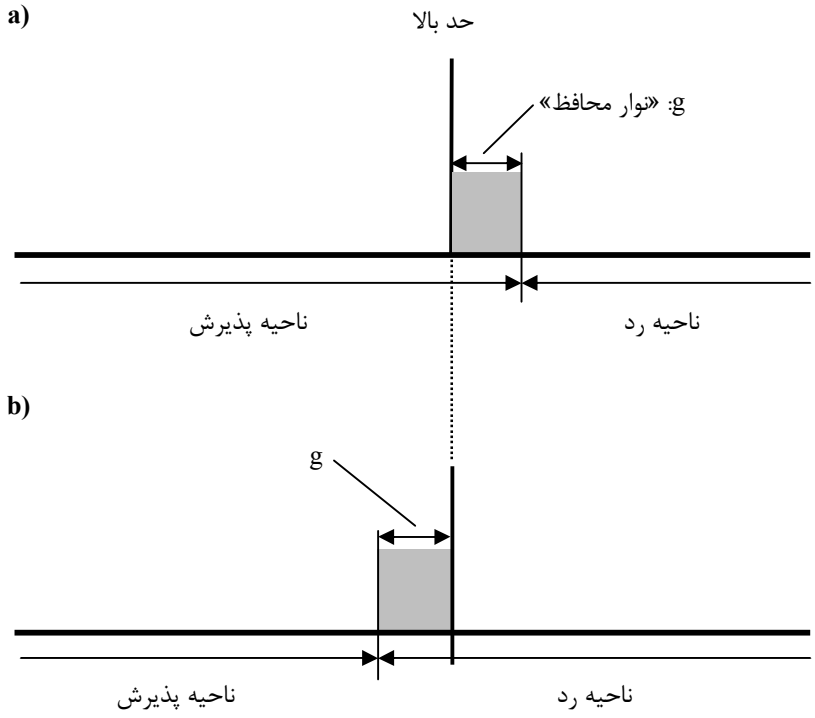
۱. نتیجه یک آنالیز، چنانچه از حد تصمیم‌گیری متد تأییدی برای آنالیت تجاوز شود، می‌بایست به عنوان عدم انطباق لحاظ شود.
۲. اگر یک حد مجاز برای یک ماده ایجاد شده باشد، حد تصمیم‌گیری، غلظتی است که بالای آن غلظت با قطعیت آماری 1-α می‌توان نتیجه‌گیری کرد که از حد مجاز واقعاً تجاوز شده است.
۳. اگر حد مجازی برای ماده ایجاد نشده باشد، حد تصمیم‌گیری، پایین‌ترین سطح غلظتی است که در آن متد می‌تواند با قطعیت آماری 1-α تشخیص دهد که آنالیت خاص حاضر می‌باشد.
۴. برای مواد فهرست شده در گروه A، پیوست 1، دستورالعمل 96/23/EC، خطای α، 1% یا کمتر خواهد بود. برای دیگر مواد، خطای α، 5% یا کمتر خواهد بود.

این یک قانون تصمیم‌گیری برای عدم انطباق یا رد با احتمال پایین رد غلط (اطمینان بالای رد صحیح) می‌باشد. برای این قانون تصمیم‌گیری یک ناحیه رد تعریف می‌شود که در شکل 2a نشان داده شده است. شروع ناحیه رد، درحد مشخصه L به علاوه مقدار g (که نوار محافظ نامیده می‌شود)* است. مقدار g در شکل 2a، طوری انتخاب می‌شود که برای نتیجه اندازه‌گیری بزرگتر یا برابر با L+g، احتمال رد غلط، کمتر یا برابر با α باشد، یعنی، چنانچه نتیجه در ناحیه رد قرار گیرد، قانون به احتمال پایینی منجر خواهد شد و این یعنی هنوز از حد مجاز تجاوز نشده است. در شکل 2b، g طوری انتخاب شده که خطر پایین پذیرش غلط را فراهم کند.

به طور کلی، g مضربی از عدم قطعیت استاندارد، u خواهد بود. برای مواردی که در آن توزیع مقادیر محتمل اندازه‌ده تقریباً نرمال است، مقدار $1.64u$ به احتمال α ی 5% و مقدار $2.33u$ به احتمال α ی 1% منجر خواهد شد. مثال اندازه‌گیری‌های تجزیه‌ای، استفاده از CCα است که در تصمیم کمیسیونی 2002/657/EC[۷]، توصیف شده است. CCα، کمترین غلظت *اندازه‌گیری‌شده* است که در آن با احتمال معین، این قطعیت وجود دارد که غلظت *واقعی* بالای سطح مجاز است. بنابراین CCα، یک حد *تصمیم‌گیری* است و خطر این که مقدار واقعی زیر حد مجاز باشد با α مشخص می‌شود. یک مقدار نوعی برای α، 5% است که در واقع اشاره می‌کند که احتمال یک رد غلط، 5% است. CCα معادل $L+g$ است.

* مقالات زیادی در رابطه با ارزیابی انطباق و عمدتاً درباره محصولات مکانیکی و الکتریکی وجود دارند که از مفهوم نوارهای محافظ استفاده می‌کنند. مرجع ۱ را مشاهده کنید.

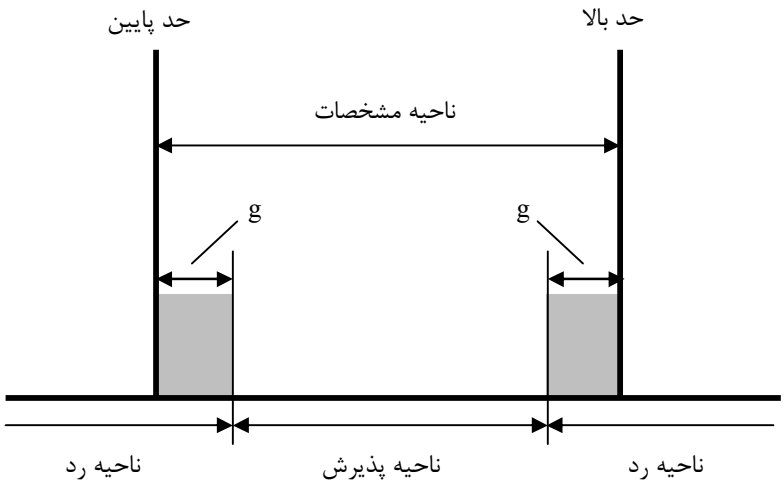
شکل ۲. نواحی پذیرش و رد برای یک حد بالا



شکل موقعیت‌های نسبی نواحی پذیرش و رد برای: a) اطمینان بالای رد صحیح، و b) اطمینان بالای پذیرش صحیح را نشان می‌دهد. فاصله g اغلب «نوار محافظ» نامیده می‌شود.

در بعضی موارد، یک مشخصه، حدود بالا و پایین را، برای مثال جهت کنترل ترکیب تنظیم می‌کند. شکل ۳، نواحی پذیرش و رد را برای این حالت نشان می‌دهد که در آن نوارهای محافظ برای نمونه منطبق طوری انتخاب شده‌اند که ، احتمال بالایی وجود داشته باشد تا اندازه‌ده درون حدود مشخصات قرار گیرد.

شکل ۳. نواحی پذیرش و رد برای حدود بالا و پایین همزمان



شکل، موقعیت‌های نسبی حدود مشخص شده و نواحی پذیرش و رد برای خطر پایین پذیرش غلط را نشان می‌دهد.

۵. انتخاب حدود ناحیه پذیرش و رد

اندازه نوار محافظ به مقدار عدم قطعیت بستگی دارد و طوری انتخاب می‌شود که الزامات قانون تصمیم‌گیری را برآورده کند. برای مثال، وقتی قانون تصمیم‌گیری بیان می‌کند که برای عدم انطباق، مقدار مشاهده شده می‌بایست بزرگتر از حد به علاوه $2u$ باشد، آنگاه اندازه نوار محافظ $2u$ است. اگر قانون تصمیم‌گیری برای عدم انطباق اینگونه بیان کند که احتمال (P) این که مقدار اندازه‌ده بزرگتر از حد L، می‌بایست حداقل 95% باشد، آنگاه g برای مقدار مشاهده شده $L+g$ طوری انتخاب می‌شود که، احتمال آن که مقدار اندازه ده بالای حد L قرار گیرد، 95% شود. به طور مشابه، اگر قانون تصمیم‌گیری این باشد که می‌بایست حداقل 95% احتمال وجود داشته باشد، که مقدار اندازه‌ده کمتر از L باشد، آنگاه g، برای یک مقدار مشاهده شده $L-g$ طوری انتخاب می‌شود که احتمال آن که مقدار اندازه‌ده زیر حد قرار گیرد، 95% باشد. به طور کلی مقدار g، تابع u یا مضربی از u خواهد بود، که در اینجا u، عدم قطعیت استاندارد است. در بعضی موارد، قانون تصمیم‌گیری ممکن است بیان کند که می‌بایست از مقدار مضرب u استفاده شود. در دیگر موارد، نوار محافظ به مقدار P و دانش توزیع مقادیر محتمل اندازه‌ده بستگی خواهد داشت. بعضی از موارد نوعی در پیوست A توضیح داده شده‌اند.

۶. تعیین یک مقدار قابل قبول برای u

هر چه مقدار u بزرگتر باشد، نسبت نمونه‌های قضاوت شده نادرست بالاتر خواهد رفت. به طور کلی، هر چه مقدار u کوچکتر باشد، هزینه آنالیز بالاتر خواهد رفت. بنابراین، به طور ایده‌آل، u می‌بایست طوری انتخاب شود که هزینه‌های آنالیز و هزینه‌های تصمیم‌گیری را به حداقل ممکن برساند. با این حال، اطلاعات لازم برای انجام این کار به ندرت در دسترس می‌باشند. در بعضی موارد، وقتی مشخصه، حدود بالا و پایین را تنظیم می‌کند، ماکزیمم اندازه مجاز u، به صورت کسری از اختلاف بین این حدود ارائه می‌شود. برای مثال، یکی از این مشخصه‌ها بیان می‌کند که عدم قطعیت بسط‌یافته نباید بزرگتر از یک‌هشتم این اختلاف باشد.[1] یکی از رویکردهای مرسوم، اجرای اندازه‌گیری‌های غربال‌گیری، با استفاده از متد نسبتاً ارزان با عدم قطعیت نسبتاً بزرگ و سپس استفاده از متد با عدم قطعیت کوچک برای نمونه‌هایی که برای آن‌ها نتیجه غربال‌گیری به تصمیم روشنی منجر نشده است، می‌باشد. در تمام موارد، ماکسیمم اندازه مجاز عدم قطعیت می‌بایست بخشی از تعریف الزام تجزیه‌ای را تشکیل دهد.

۷. پیشنهادات

۱. برای تصمیم‌گیری درباره این که آیا یک محصول با توجه به نتیجه و عدم قطعیتش پذیرش یا رد شود، می‌بایست موارد ذیل لحاظ شوند:
   a) مشخصه‌ای وجود داشته باشد که حدود بالا یا پایین مجاز از ویژگی (اندازه‌ده‌ها) کنترل‌شونده را ارائه دهد.
   b) قانون تصمیم‌گیری که توصیف کند، چگونه عدم قطعیت اندازه‌گیری در ارتباط با پذیرش یا رد محصول بر اساس مشخصه و نتیجه اندازه‌گیری لحاظ خواهد شد.

۲. قانون تصمیم‌گیری همراه با متد مستند مناسب جهت تعیین مکان ناحیه‌های پذیرش یا رد، که به طور ایده‌آل حداقل سطح قابل قبول احتمالی که اندازه‌ده درون حدود مشخصات قرار می‌گیرد را بیان کند. قانون همچنین می‌بایست روش اجرایی کار با اندازه‌گیری‌های تکراری و داده‌های انحرافی را نیز ارائه کند.

۳. ضمن استفاده از قانون تصمیم‌گیری، اندازه ناحیه پذیرش یا رد ممکن است به وسیله نوارهای محافظ مناسب تعیین شود. اندازه نوار محافظ از مقدار عدم قطعیت اندازه‌گیری و حداقل سطح قابل قبول احتمالی که اندازه‌ده درون حدود مشخصات قرار می‌گیرد، محاسبه می‌شود (بخش ۵).

۴. به علاوه، هنگام گزارش‌دهی انطباق، مرجع قوانین تصمیم‌گیری استفاده شده نیز می‌بایست پیوست شود.

۸. مراجع

1 ASME B89.7.3.1-2001 “Guidelines for Decision Rules: considering Measurement Uncertainty in Determining Conformance with Specifications”

2 EURACHEM/CITAC Guide “Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement” Second edition (2000). A Williams, S L R Ellison, M Roesslein (eds.) ISBN 0 948926 15

5. Available from the Eurachem Secretariat (see http://www.eurachem.org/)

3 ISO/IEC Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, ISO, Geneva, 1993

4 EURACHEM/EUROLAB/CITAC/NORDTEST Guide “Estimation of Measurement Uncertainty arising from Sampling”. (2007) Available from the Eurachem Secretariat

(see http://www.eurachem.org/)

5 International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology, ISO, Geneva (1993)

6 COMMISSION DECISION of 12 August 2002 implementing Council Directive 96/23/EC concerning the performance of analytical methods and the interpretation of results (2002/657/EC) Article 6

7 Annex II.5: Concept Set by Commission Decision 2002/657/Ec Implementing Council Directive 96/23/Ec Concerning the Performance of Analytical Methods and the Interpretation of Results

پیوست A: تعیین اندازه نوار محافظ

نوار محافظ g، طوری انتخاب می‌شود که الزامات قانون تصمیم‌گیری برآورده شود. مقدار آن، به مقدار عدم قطعیت، حداقل سطح قابل قبول احتمال P که اندازه‌ده درون حدود مشخصه قرار می‌گیرد و دانش موجود درباره توزیع مقادیر محتمل اندازه‌ده بستگی دارد. هر جا که دانش کافی در مورد این توزیع وجود نداشته باشد، مقدار g، برابر با ku، همانند حالت‌های ۱ و ۲ و ۳ زیر خواهد شد. در دیگر موارد، مقدار g می‌تواند از شکل توزیع و مقدار مطلوب P، همانند حالت‌های ۳ و ۴ تعیین شود.

حالت 1a: تنها عدم قطعیت استاندارد در دسترس است.

در این حالت، اندازه نوار محافظ ku خواهد شد و مقدار k، یا در قانون تصمیم‌گیری تعیین شده و یا از توزیع احتمال مقادیر نسبت داده شده به اندازه‌ده، که معمولاً نرمال فرض می‌شود، به دست خواهد آمد. اساس این فرض و شرایطی که تحت آن این حالت می‌تواند مناسب باشد، در پیوست G، GUM آمده است. فرض بر اساس استفاده از قضیه حد مرکزی پایه‌گذاری شده و بخش G2.3، GUM، اشاره می‌کند که: «... اگر عدم قطعیت استاندارد مرکب u، به طور عمده تحت تأثیر مؤلفه عدم قطعیت استاندارد به دست آمده از تیپ A ارزیابی بر اساس چند مشاهده و یا تحت تأثیر مؤلفه عدم قطعیت استاندارد به دست آمده از تیپ B ارزیابی بر اساس توزیع مستطیلی قرار نگیرد، اولین تقریب منطقی برای محاسبه عدم قطعیت بسط‌یافته U، که بازه‌ای را با سطح اطمینان P فراهم می‌کند، استفاده از مقدار توزیع نرمال برای k است.»

در بسیاری موارد از مقدار $k=2$ استفاده می‌شود. با فرض این که توزیع تقریباً نرمال است، این مقدار k برابر با سطح اطمینان تقریبی 95% است و برای مقدار مشاهده شده x، مقدار اندازه ده در بازه $x\pm 2u$ قرار می‌گیرد. بر این اساس، احتمال آن که مقدار اندازه‌ده کمتر از $x+2u$ باشد، تقریباً 97.5% است.

در متداول‌ترین حالت ارائه دلیل انطباق با یک حد بالا، همانطور که در شکل 2a نشان داده شده و فرض $k=2$ و ارائه دلیل عدم انطباق روشن (حالت i) در شکل ۱، تنظیم مقدار نوار محافظ در $g=+2u$ است. اگر مقدار مشاهده شده از حد به علاوه g تجاوز کند، آنگاه مقدار اندازه‌ده با حداقل 97.5% اطمینان بالای حد است. در نتیجه این وضع در مقایسه با تصمیم‌های بر پایه آزمون‌های معناداری یک‌طرفه در 95% اطمینان (یعنی $k=1.65$) به تصمیم‌های عدم انطباق غلط کمتری منجر خواهد شد.

چنانچه به کارگیری تصمیم‌ها در دیگر سطوح اطمینان یا درجات آزادی متوسط مهم باشد، آنگاه مقدار k را می‌توان از جداول توزیع‌های نرمال (برای درجات آزادی متوسط) و توزیع‌های t در سطح مناسب اطمینان به دست آورد.

با این حال، در بخش G1.2، GUM، اشاره می‌شود که از آنجایی که مقدار U در بهترین حالت تنها یک تقریب است، لذا معمولاً تلاش جهت تمایزگذاری بین سطوح اطمینان مشابه و نزدیک به هم (برای مثال سطح اطمینان 94% و 96%) کار خردمندانه‌ای به نظر نمی‌آید. به علاوه، GUM اشاره می‌کند که رسیدن به بازه‌های با سطوح اطمینان 99% یا بالاتر، به خصوص مشکل می‌باشد.

حالت 1b: تنها عدم قطعیت بسط‌یافته با فاکتور پوششی k بیان شده در دسترس می‌باشد.

U را بر مقدار k ارائه شده تقسیم کرده و مقدار نوار محافظ را با استفاده از مقدار بازبینی شده k و متناسب با کاربرد آن همانند حالت 1a، تعیین کنید.

حالت 2: عدم قطعیت استاندارد همراه با درجات آزادی مؤثر (ν_{eff}) در دسترس هستند.

در این حالت، فرض پذیرفته شده این است که مقادیری که می‌توانند به اندازه‌ده نسبت داده شوند، از توزیع $"t"$ با درجات آزادی ν_{eff} تبعیّت کرده و از t_{95} یا $t(P)$، به عنوان مقدار k استفاده کنید. این موضوع با جزئیات بیشتر در بخش‌های G3 و G4، GUM بحث می‌شوند.

نکته: یک رویکرد جایگزین که ضمن استفاده از تعداد درجات آزادی مؤثر از مشکلات مربوطه اجتناب می‌کند، توسط آقایان ویلیامز[1] و کاکر و جونز[2] ارائه شده است (۱ و ۲).

حالت 3: مؤلفه‌های منفرد و توزیع‌ها در دسترس هستند.

این حالت در بخش G1.4، GUM بحث می‌شود. در آنجا بیان می‌شود، چنانچه توزیع‌های احتمال متغیرهای ورودی معلوم بوده و مقدار اندازه‌ده به طور خطی با این کمیت‌های ورودی مرتبط باشد، آنگاه توزیع احتمال مقادیر نسبت داده شده به اندازه‌ده می‌تواند با ترکیب این توزیع‌ها محاسبه شود.

اندازه نوار محافظ نیز مستقیماً از توزیع مقادیر نسبت داده شده به اندازه‌ده محاسبه خواهد شد.

نکته: GUM بیان می‌کند که یک چنین رویکردی به ندرت به کار گرفته می‌شود. با این حال، از زمان انتشار GUM، کارهای زیادی در مورد ترکیب عدم قطعیت‌ها با استفاده از شبیه‌سازی (متدهای مونت‌کارلو)[3] انجام شده است. هدف این متدها فراهم آوردن یک تخمین مستقیم از توزیع احتمال مقادیر قابل استناد به اندازه‌ده می‌باشد که می‌تواند برای به کارگیری قانون تصمیم‌گیری استفاده شود. به طور گسترده پذیرفته شده است که چنانچه این متدها به درستی به کار گرفته شوند، جایگزین‌های قابل قبولی را برای کاربرد دقیق قانون انتشار عدم قطعیت فراهم می‌کنند.

حالت 4: توزیع‌های نامتقارن

در اصطلاح‌های عمومی بخش G5.3، GUM، توضیح حالتی که در آن یک کمیت ورودی به صورت نامتقارن توزیع می‌شود، ارائه شده است. آن اشاره می‌کند که «این وضع، محاسبه u را تحت تأثیر قرار نمی‌دهد، اما ممکن است محاسبه U را تحت تأثیر قرار دهد.» به طور کلی، سه وضعیت مهم وجود دارند که در آن بازه‌های اطمینان نامتقارن برای تصمیم‌گیری لازم هستند:

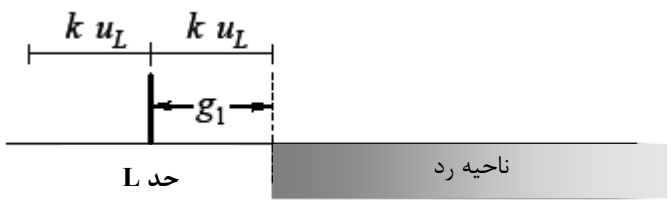
۱. وقتی توزیع (فرضی) اندازه‌ده x به طور ذاتی نامتقارن باشد (نظیر توزیع پوآسون با تعداد درجات آزادی کم).
۲. وقتی پاسخ اندازه‌گیری شده x به یک محدودیت فیزیکی (برای مثال غلظت‌های مشاهده شده نزدیک به صفر) نزدیک باشد.
۳. وقتی عدم قطعیت مرتبط با نتیجه قویاً به مقدار اندازه‌ده بستگی داشته باشد.

اولین وضعیت برای مثال در اندازه‌گیری‌های رادیواکتیویته با تعداد کم رویدادهای آشکارسازی شده مشاهده می‌شود. وضعیت دوم در اندازه‌گیری‌های نزدیک به حد تشخیص یا تعیین و یا وقتی که تعریف یک متغیر به یک بازه خاص محدود شده باشد، مشاهده می‌شود. در اینجا، بازه‌های متقارن ممکن است به مقادیر غیرعملی اندازه‌ده اشاره داشته باشند که این وضع بیان عدم قطعیت جایگزین را دیکته می‌کند.[4] مثال‌های این متغیرها جرم و کسرهای مقدار ماده می‌باشند. وضعیت سوم معمولاً زمانی واقع می‌شود که عدم قطعیت با غلظت آنالیت متناسب باشد. چنانچه عدم قطعیت در مقایسه با مقدار اندازه‌ده (یعنی غلظت آنالیت) بزرگ باشد، این حالت می‌تواند به عدم تقارن قابل ملاحظه‌ای در توزیع مقادیر قابل استناد به اندازه‌ده شود.

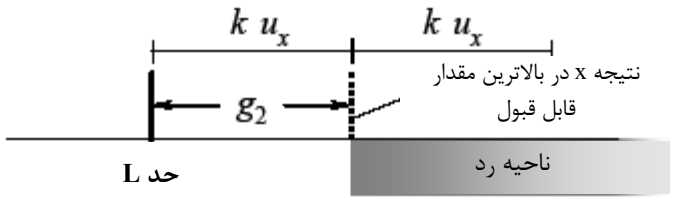
هنگامی که عدم قطعیت u با مقدار اندازه‌ده متناسب باشد، برای طراحی قانون تصمیم‌گیری به دقت و توجه بیشتری نیاز خواهد بود. در ادامه سه قانون تصمیم‌گیری این موضوع را به طور شماتیک نشان خواهند داد.

شکل A-1: قوانین تصمیم‌گیری مختلف با عدم قطعیت وابسته به مقدار اندازه‌ده

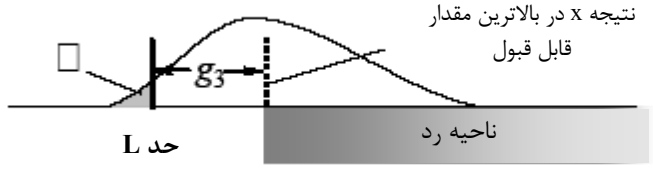
۱. چنانچه مقدار اندازه‌گیری شده x بزرگتر از مقدار حد L با مقدار بیش از $k_\alpha.u_L$ باشد، آنگاه نتیجه به عدم انطباق اشاره خواهد داشت. در اینجا، u_L مقدار عدم قطعیت در حد است. این وضع به نوار محافظ g_1، $L.k_\alpha.u_{rel}$ منجر خواهد شد. در اینجا، u_{rel} عدم قطعیت نسبی است.



۲. اگر مقدار اندازه‌گیری شده x، بزرگتر از مقدار حد L با مقدار بیش از $k_\alpha.u_x$ باشد، آنگاه نتیجه به عدم انطباق اشاره خواهد داشت. در اینجا، u_x، مقدار عدم قطعیت در مقدار اندازه‌گیری شده است. این وضع به نوار محافظ g_2، $L.k_\alpha.u_{rel}/(1-k_\alpha.u_{rel})$ منجرخواهد شد.[نکته۱]



۳. اگر برای مقدار اندازه‌گیری شده x، احتمال اینکه مقدار اندازه‌ده کمتر از حد، کمتر از α باشد، آنگاه نتیجه به عدم انطباق اشاره خواهد داشت.[نکته۲]



نکته ۱: «نتیجه x» برای قانون‌های ۲ و ۳ در بالاترین مقدار قابل قبول با به کارگیری قانون تصمیم‌گیری خاص استنباط می شود.
نکته ۲: توزیع نشان داده شده، تابع دانسیته احتمال برای مقادیر قابل استناد به اندازه‌ده بر اساس مقدار x مشاهده شده می‌باشد.

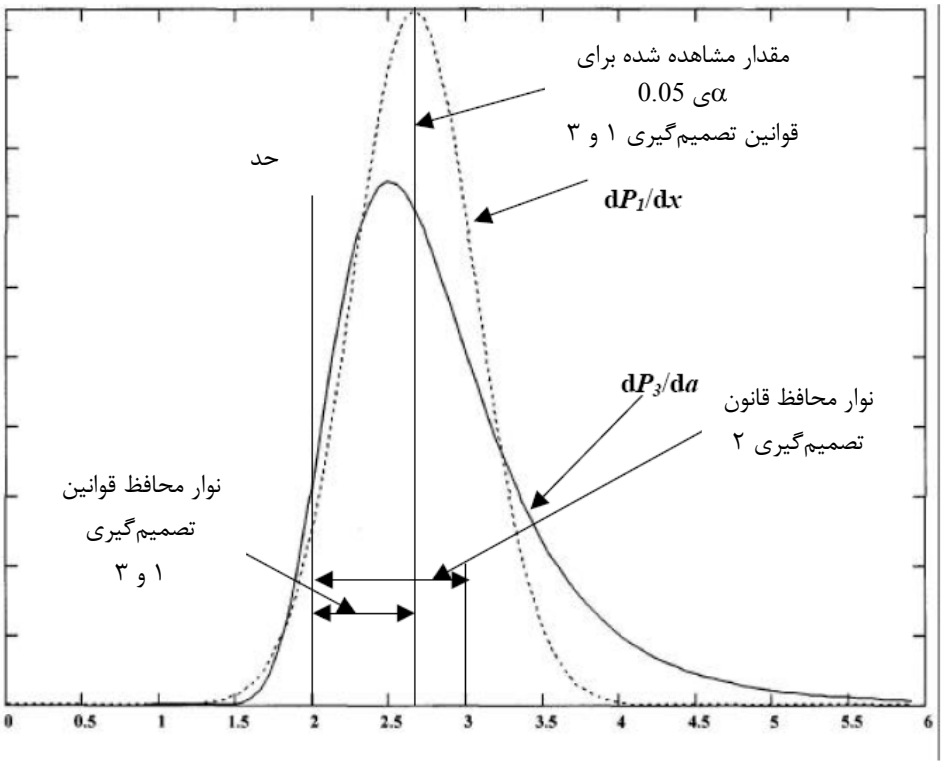
مقدار k_α برای قانون تصمیم‌گیری ۱، به تابع دانسیته احتمال (PDF) مقدار مشاهده شده x برای یک مقدار فرضی اندازه‌ده بستگی دارد، که برای هدف این بحث، تابع نرمال با مقدار میانگین L و انحراف استاندارد u_L فرض می‌شود. مقدار k_α برای قانون تصمیم‌گیری ۲، به PDF مقدار اندازه ده برای مقدار مشاهده شده x بستگی دارد. برای هدف این بحث، تابع نرمال با مقدار میانگین x و انحراف استاندارد u_x فرض می‌شود. این وضع با روش معمولی که این قانون تصمیم‌گیری برای آن استفاده می‌شود، مطابقت دارد. اعتبار این فرض در زیر بحث می‌شود. برای تعیین نوار محافظ g_3 برای قانون تصمیم‌گیری ۳، لازم است تا PDF مقادیر احتمالی معلوم باشد. این کار را می‌توان با استفاده از قضیه بیز انجام داد و می‌تواند نشان داده شود که حتی برای یک توزیع نرمال مقادیر مشاهده شده x، هنگامی که عدم قطعیت به مقدار اندازه‌ده بستگی داشته باشد، توزیع مقادیر استنادی به اندازه‌ده نامتقارن است. همینطور نشان داده شده که قانون تصمیم‌گیری ۱ و ۳، در اصل برای مقادیر عدم قطعیت نسبی تا حدود 0.3 و برای مقادیر α، 0.05 و 0.01 به مقادیر یکسانی برای نوار محافظ منجر می‌شود، در حالی که قانون تصمیم‌گیری ۲ برای $u_{rel}=0.3$ و α، 0.05 (یعنی برای $k_\alpha=1.65$) به نوار محافظی منجر می‌شود که دو برابر قانون تصمیم‌گیری ۱ بوده و برای احتمال αی، 0.01، مقدار آن۳/۳ مرتبه بزرگتر می‌باشد.

مقایسه دقیق نتایج استفاده شده از این قانون‌های تصمیم‌گیری برای $u_{rel}=0.2$ و $\alpha=0.05$ در شکل A-2 نشان داده شده است. شکل نشان می‌دهد که PDFهای قوانین تصمیم‌گیری ۱ و ۳ برای یک مقدار مشاهده شده برابر با حد به علاوه نوار محافظ می‌باشد. جهت مقایسه نتایج برای قوانین تصمیم‌گیری ۱ و ۳، PDF قانون تصمیم‌گیری ۱ (dp_1dx در شکل) با استفاده از عدم قطعیت در حد، بر روی مقدار مشاهده شده متمرکز شده است. احتمال اینکه مقدار اندازه‌ده زیر حد باشد، همانند احتمال مشاهده یک مقدار بزرگتر از $L+k_\alpha u_L$ است، البته هنگامی که مقدار اندازه‌ده در حد باشد (یعنی، همانند قانون تصمیم‌گیری ۱).

گرچه توزیع مقادیر قابل استناد به اندازه‌ده که با قانون تصمیم‌گیری ۳ (dp_3da در شکل) محاسبه شده نامتقارن است، با این حال توزیع‌های قوانین تصمیم‌گیری ۱ و ۳ برای مقادیر تا مقدار حد، خیلی نزدیک به هم قرار می‌گیرند. از آنجا که قانون

تصمیم‌گیری ۱، در عمل ساده‌تر است، لذا استفاده از قانون تصمیم‌گیری ۱، خیلی ساده‌تر خواهد بود. همچنین این مزیت برای این قانون وجود دارد که، چنانچه عدم قطعیت با غلظت تغییر نکند، باز هم کاربرد دارد. برای قانون تصمیم‌گیری ۲، با مقدار $k_\alpha=1.65$ و مقدار مشاهده شده برابر با $L+g_2$، احتمال این که مقدار اندازه‌ده زیر حد باشد، به طور معناداری کمتر از 5% خواهد شد. این حالت ایجاد می‌شود، چرا که فرض PDF نرمال برای مقادیر اندازه‌ده برای مقدار مشاهده شده x وقتی عدم قطعیت به مقدار اندازه‌ده بستگی داشته باشد، معتبر نمی‌باشد. لذا توزیع نامتقارن بوده و این توزیع نامتقارن است که می‌بایست برای ایجاد مقدار صحیح k_α استفاده شود. با این حال، وقتی عدم قطعیت با غلظت تغییر نکند، هر سه این قانون‌های تصمیم‌گیری به نوارهای محافظ برابر منجر می‌شوند.

شکل A-2



برای مثال، گزارش «رابطه بین نتایج تجزیه‌ای، عدم قطعیت اندازه‌گیری، فاکتورهای بازیابی و قوانین غذا و خوراک دام اتحادیه اروپا با ارجاع خاص به قوانین عمومی و ...»[5] را در این مورد در نظر بگیرید که بیان می‌کند:

> «در عمل، هنگام ملاحظه یک مقدار ماکسیمم در قوانین، تجزیه‌گر سطح تجزیه را تعیین کرده و عدم قطعیت را در آن سطح تخمین خواهد زد. مقدار به دست آمده با کسر عدم قطعیت از غلظت مشاهده شده برای ارزیابی انطباق استفاده می‌شود. تنها چنانچه آن مقدار، از سطح ماکسیمم در قوانین بیشتر باشد، یقیناً و «بدون شک منطقی» می‌توان گفت که غلظت نمونه آنالیت بیشتر از غلظت مورد نیاز قانونی می‌باشد.»

این وضع شبیه قانون تصمیم‌گیری ۲ است، چرا که آن از عدم قطعیت در مقدار اندازه‌گیری شده استفاده می‌کند. استفاده از این دو قانون مختلف (۱ و ۲)، به بحث‌های زیادی در زمینه کنترل دارو در ورزشکاران منجر شده است، در اینجا عدم قطعیت نسبی 30% متداول است. برای عدم قطعیت نسبی 30% و برای $\alpha=0.01$، نوار محافظ برای قانون تصمیم‌گیری ۲، ۳/۳ نوار محافظ برای قانون تصمیم‌گیری ۱ است. بنابراین گرچه هر دو قانون تصمیم‌گیری شفاف و آشکار هستند، قانون تصمیم‌گیری ۲، به مقادیر مشاهده شده بزرگتر برای عدم انطباق نیاز دارد. این به خاطر آن است که توزیع مقادیر قابل استناد به اندازه‌ده، نامتقارن است و در مقایسه با حالت متقارن مقادیر بزرگتر اندازه‌ده محتمل‌تر است. قانون ۲، این ناقرینگی را به درستی لحاظ نمی‌کند.

مراجع پیوست A

1 A Williams. An alternative to the effective number of degrees of freedom. Accreditation and Quality Assurance (1999) 4:14 - 17

2 R Kacker and A Jones. On use of Bayesian statistics to make the Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement consistent. Metrologia (2003) 40:235-248

3 JCGM WG1 GUM, Supplement 1: "Numerical methods for the Propagation of Distributions".

4 S Cowen, S L R Ellison. Reporting measurement uncertainty and coverage intervals near natural limits. Analyst (2006) 131:710–717

5 Report On The Relationship Between Analytical Results, Measurement Uncertainty, Recovery Factors And The Provisions Of EU Food And Feed Legislation ……
www. europa.eu.int/comm/food/food/chemicalsafety/contaminants/reportsampling_analysis_2004_en.pdf

پیوست B: مثال‌ها

مثال ۱. به کارگیری یک قانون تصمیم‌گیری برای حالت ۲ در پیوست A

نتیجه اندازه‌گیری غلظت یک آنالیت با عدم قطعیت استاندارد $u=2.2$ و $\nu=8$ درجه آزادی $205.4ng/g$ می‌باشد. هیچ مؤلفه عدم قطعیت برجسته‌ای وجود نداشته و می‌توان فرض کرد که مقادیر قابل استناد به اندازه‌ده از توزیع t تبعیّت می‌کنند. این نتیجه می‌بایست برای قضاوت انطباق با قانون تصمیم‌گیری زیر در دستورالعمل استفاده شود.

قانون تصمیم‌گیری بیان می‌کند که:

«چنانچه احتمال مقدار غلظت بالاتر از $200ng/g$ از 95% تجاوز کند، بچ به عنوان عدم انطباق لحاظ خواهد شد.»

مقدار **یک‌طرفه** t برای یک سطح احتمال 95% و برای 8 درجه آزادی 1.86 است. بنابراین، این قانون تصمیم‌گیری، برای ارزیابی این نتیجه، ناحیه رد را از 4.1+200 تنظیم می‌کند. نتیجه در ناحیه رد قرار گرفته و از این رو بر اساس این نتیجه، بچ رد خواهد شد.

مثال ۲. به کارگیری یک قانون تصمیم‌گیری برای حالت ۴ در پیوست A

حالت ۴ با وضعیتی سر و کار دارد که در آن عدم قطعیت متناسب با مقدار اندازه‌ده است، برای مثال، آنالیز کنترل مواد غیرمجاز در ورزشکاران که توسط آقایان فان‌اینو و همکاران[1] و کینگ[2] توصیف شده است.

قانون تصمیم‌گیری مناسب عبارت است از:

«غلظت ماده غیرمجاز بالای حد به نظر خواهد رسید، چنانچه بر اساس نتیجه آنالیز و عدم قطعیت آن، احتمال این که غلظت بزرگتر از حد باشد، 99% یا بیشتر است.»

این حالت با قانون تصمیم‌گیری ۳، در پیوست A، حالت ۴ و با $\alpha=0.01$ یکسان است. همانطور که در حالت ۴ نشان داده شده، قوانین تصمیم‌گیری ۱ و ۳ به طور مؤثر معادل هم بوده و در نتیجه نوار محافظ مناسب مقدار $L.k_{\alpha}.u_{rel}$ خواهد شد.

حد L برای ۱۹-نورآندروسترون (مردان)، $2ng/ml$ است. در مرجع ۱۱ نشان داده شده که عدم قطعیت نسبی آنالیز این ماده، در گستره $23\text{-}29\%$ قرار خواهد گرفت و این فرض معقول به نظر می‌رسد. با فرض $u_{rel}=25\%$ و توزیع نرمال، آنگاه $k=2.33$ می‌باشد و نوار محافظ نیز $1.2ng/ml$ خواهد شد. بنابراین نتیجه اندازه‌گیری بزرگتر از $3.2ng/ml$، بالای حد در نظر گرفته خواهد شد.

مراجع پیوست B

1 P Van Eenoo & F T Delbeke. Reply to "Measurement uncertainty and doping control in sport" by A. van der Veen, Accred Qual Assur (2003) 8:334–339

2 B King Measurement uncertainty in sports drug testing Accred Qual Assur (2004) 9:369–373

پیوست C: تعاریف

تعاریف زیر از واژگان بین‌المللی اصطلاح‌های پایه و عمومی در اندازه‌شناسی (ویرایش ۱۹۹۳) یا راهنمای ISO/IEC در بیان عدم قطعیت اندازه‌گیری اقتباس شده‌اند.

اندازه‌ده: کمیت خاص در معرض اندازه‌گیری

عدم قطعیت بسط‌یافته: کمیت تعریف کننده بازه اطراف نتیجه اندازه‌گیری که انتظار می‌رود کسر بزرگی از توزیع مقادیری را که به طور منطقی قابل استناد به اندازه‌ده می‌باشند، را دربرگیرد. GUM، 2.3.5 را ببینید.

تعاریف و نکات اضافی زیر از تعاریف ASME B89.7.3-1-2001 تبعیت می‌کنند. ارجاع‌های درون متنی به بخش‌های خاص این سند حذف شده است.

قانون تصمیم‌گیری: یک قانون مستند که توضیح می‌دهد چطور عدم قطعیت اندازه‌گیری می‌تواند بر اساس مشخصه و نتیجه یک اندازه‌گیری برای پذیرش یا رد یک محصول لحاظ شود.

ناحیه پذیرش: مجموعه مقادیر یک ویژگی برای یک فرایند اندازه‌گیری و قانون اندازه‌گیری خاص، که چنانچه یک نتیجه اندازه‌گیری درون این ناحیه باشد، به پذیرش محصول منجر خواهد شد.

ناحیه رد: مجموعه مقادیر یک ویژگی برای یک فرایند اندازه‌گیری و قانون اندازه‌گیری خاص، که چنانچه یک نتیجه اندازه‌گیری درون این ناحیه باشد، به رد محصول منجر خواهد شد.

نوار محافظ: بزرگی و وسعت یک عامل جبرانی از حد مشخصه تا مرز ناحیه پذیرش یا رد.

نکته‌ها:

۱. مشخصه یک اندازه‌ده ممکن است به جملاتی در مورد کمیت‌هایی نظیر زمان، دما و فشار نیاز داشته باشد.
۲. وقتی پذیرش محصول ادعا می‌شود، بیان قانون تصمیم‌گیری، برای مثال، «پذیرش با استفاده از قانون XX» مهم است.
۳. وقتی رد محصول ادعا می‌شود، بیان قانون تصمیم‌گیری، برای مثال، «رد با استفاده از قانون XX» مهم است.
۴. به جای استفاده از نماد U که در ایزو 1-14253 استفاده می‌شود، در اینجا آگاهانه از نماد g برای نوار محافظ استفاده می‌شود و نماد U برای عدم قطعیت بسط‌یافته کنار گذاشته می‌شود که با نتیجه اندازه‌گیری مرتبط می‌باشد، لذا ضمیمه کردن U به حد مشخصه ممکن است باعث اشتباه شود. ارزیابی U یک مسأله فنی است، در حالی که ارزیابی g یک تصمیم تجاری است.
۵. نوار محافظ معمولاً به صورت درصد عدم قطعیت بسط‌یافته بیان می‌شود، یعنی، یک نوار محافظ 100% دارای مقداری به اندازه عدم قطعیت بسط‌یافته U می‌باشد.
۶. نوار محافظ دوطرفه هنگامی استفاده می‌شود که یک نوار محافظ برای حدود مشخصه بالا و پایین به کار رود (در بعضی شرایط استثنایی، نوار محافظ به کار رفته درون ناحیه مشخصه، g_{lu}، در حد مشخصه بالا و حد مشخصه پایین می‌تواند متفاوت باشد. این وضعیت بیانگر ارزیابی خطر متفاوت و مرتبط با شرایط خارج از مشخصه بالا یا پایین بوده و به این نکته بستگی دارد که آیا ویژگی، بزرگتر یا کوچکتر از مقدار مجاز ناحیه مشخصات است یا خیر). اگر نوارهای محافظ بالا و پایین به یک اندازه باشند، آنگاه نوار محافظ دوطرفه متقارن نامیده خواهد شد.
۷. بعضی اوقات یک نوار محافظ به صورت نوار محافظ پایین یا بالا و به صورت مرتبط با حد مشخصه بالا یا پایین تمایزگذاری می‌شود. زیروندها نیز بعضی اوقات برای شفاف‌سازی به نمادگذاری نوار محافظ، g، اضافه می‌شوند، مثل g_{up}، g_{L0}
۸. نوار محافظ g، همیشه یک کمیت مثبت است و مکان آن، برای مثال، درون یا بیرون ناحیه مشخصات، با نوع پذیرش یا رد مورد نظر تعیین می‌شود.
۹. این راهنما به استفاده از نوارهای محافظ تاکید می‌کند و روش‌شناسی معادل دیگرآن، استفاده از حدود اندازه‌گیری همانند *ASME B89.7.2-1999* است.

Eurachem / CITAC

Co-Operation on International Traceability in Analytical Chemistry

Use of uncertainty information in compliance assessment

First Edition - 2007