

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 6910-3: 2001

ISO 5725-3: 1994

**ĐỘ CHÍNH XÁC (ĐỘ ĐÚNG VÀ ĐỘ CHỤM) CỦA
PHƯƠNG PHÁP ĐO VÀ KẾT QUẢ ĐO –
PHẦN 3: CÁC THƯỚC ĐO TRUNG GIAN ĐỘ CHỤM CỦA
PHƯƠNG PHÁP ĐO TIÊU CHUẨN**

*Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results –
Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method*

HÀ NỘI - 2001

Lời nói đầu

TCVN 6910-3: 2001 hoàn toàn tương đương với ISO 5725-3: 1994

Các phụ lục A, B, C của tiêu chuẩn này là quy định, các phụ lục D, E chỉ để tham khảo.

TCVN 6910-3: 2001 do Tiểu ban Kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/ TC69/ SC6 Phương pháp và Kết quả đo biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học Công nghệ và Môi trường ban hành.

Lời giới thiệu

0.0 TCVN 6910-3 : 2001 là một phần của TCVN 6910, bộ tiêu chuẩn này gồm 6 phần dưới tên chung “Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo”:

- Phần 1: Nguyên tắc và định nghĩa chung
- Phần 2: Phương pháp cơ bản xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn
- Phần 3: Các thước đo trung gian độ chụm của phương pháp đo tiêu chuẩn
- Phần 4: Các phương pháp cơ bản xác định độ đúng của phương pháp đo tiêu chuẩn
- Phần 5: Các phương pháp khác xác định độ chụm của phương pháp đo tiêu chuẩn
- Phần 6: Sử dụng các giá trị của độ chính xác trong thực tế

0.1 TCVN 6910 sử dụng hai thuật ngữ “độ đúng” và “độ chụm” để diễn tả độ chính xác của một phương pháp đo. “Độ đúng” chỉ sự gần nhau giữa trung bình số học của một số lớn kết quả thử nghiệm và giá trị thực hoặc giá trị quy chiếu được chấp nhận. “Độ chụm” chỉ sự gần nhau giữa các kết quả thử nghiệm.

0.2 Việc xem xét chung các đại lượng trên đã được trình bày trong TCVN 6910-1 nên không nhắc lại ở đây. Cần nhấn mạnh rằng phải đọc TCVN 6910-1 cùng với các phần khác của TCVN 6910 , vì những định nghĩa và nguyên tắc chung quan trọng đều được trình bày trong tiêu chuẩn đó.

0.3 Nhiều yếu tố khác nhau (không kể những thay đổi của các mẫu thử được xem là giống hệt nhau) có thể đóng góp vào sự thay đổi các kết quả của một phương pháp đo, bao gồm:

- a) người thao tác;
- b) thiết bị được sử dụng;
- c) việc hiệu chuẩn thiết bị;
- d) môi trường (nhiệt độ, độ ẩm, sự ô nhiễm của không khí ...)
- e) mẻ thuốc thử
- f) khoảng thời gian giữa các phép đo

Sự thay đổi giữa các phép đo do những người thao tác khác nhau thực hiện và/hoặc bởi các thiết bị khác nhau thường lớn hơn sự thay đổi giữa các phép đo được thực hiện trong khoảng thời gian ngắn với cùng một người thao tác, sử dụng cùng một thiết bị.

0.4 Trong nhiều trường hợp thực tế, để thuận tiện cho việc mô tả sự thay đổi của phương pháp đo, cần đưa ra hai điều kiện của độ chụm gọi là điều kiện lặp lại và điều kiện tái lập. Theo điều kiện lặp lại các yếu tố a) đến f) thuộc mục 0.3 được xem là không đổi và không đóng góp vào sự thay đổi trong khi theo điều kiện tái lập các yếu tố này thay đổi và đóng góp vào sự thay đổi các kết quả thử nghiệm.

Như vậy điều kiện lặp lại và tái lập là hai cực của độ chụm. Điều kiện lặp lại mô tả khả năng thay đổi tối thiểu và điều kiện tái lập mô tả sự thay đổi tối đa của kết quả. Cũng có thể hình dung ra các điều kiện trung gian giữa hai điều kiện đó khi có một hoặc nhiều yếu tố a) đến f) được biến đổi và sử dụng trong những tình huống nhất định.

Độ chụm thường được biểu thị qua độ lệch chuẩn.

0.5 Tiêu chuẩn này tập trung vào các thước đo trung gian độ chụm của phương pháp đo. Gọi là thước đo trung gian vì độ lớn của chúng nằm giữa hai cực độ chụm của phương pháp đo: độ lệch chuẩn lặp lại và độ lệch chuẩn tái lập.

Để minh họa sự cần thiết của thước đo trung gian độ chụm hãy xem xét hoạt động của một phòng thí nghiệm hiện tại đang gắn liền với quá trình sản xuất, ví dụ một hệ thống làm việc ba ca, trong đó người thao tác khác nhau thực hiện các phép đo bằng thiết bị khác nhau. Người thao tác, thiết bị và còn nhiều yếu tố khác sẽ tạo ra thay đổi trong kết quả thử nghiệm. Những yếu tố đó cần phải được tính đến khi đánh giá độ chụm của phương pháp đo.

0.6 Thước đo trung gian độ chụm định nghĩa trong phần này của tiêu chuẩn có ích chủ yếu khi việc ước lượng chúng là thành phần của một quy trình nhằm phát triển, tiêu chuẩn hoá hoặc kiểm soát một phương pháp đo trong phạm vi phòng thí nghiệm. Cũng có thể ước lượng những thước đo này trong nghiên cứu so sánh liên phòng thí nghiệm được thiết kế đặc biệt, nhưng việc diễn giải và áp dụng chúng đòi hỏi thận trọng vì những lý do được giải thích trong 1.3 và 9.1.

0.7 Bốn yếu tố gần như ảnh hưởng nhiều nhất đến độ chụm của phương pháp đo là:

- a) Thời gian: khoảng thời gian giữa các phép đo kế tiếp là ngắn hoặc dài.
- b) Hiệu chuẩn: cùng thiết bị đã hoặc chưa được hiệu chuẩn lại giữa các nhóm phép đo kế tiếp.
- c) Người thao tác: cùng người thao tác hoặc nhiều người thao tác khác nhau thực hiện các phép đo kế tiếp.
- d) Thiết bị: cùng thiết bị hoặc nhiều thiết bị khác nhau (mẻ thuốc thử hoặc nhiều mẻ thuốc thử khác nhau) được sử dụng trong các phép đo.

0.8 Để tiện lợi cho việc xem xét những thay đổi về điều kiện đo trong phòng thí nghiệm (thời gian, hiệu chuẩn, người thao tác và thiết bị), người ta đưa ra điều kiện chụm trung gian M yếu tố khác nhau như sau:

- a) $M = 1$: chỉ có một trong bốn yếu tố là khác nhau;
- b) $M = 2$: hai trong bốn yếu tố là khác nhau;
- c) $M = 3$: ba trong bốn yếu tố là khác nhau;
- d) $M = 4$: cả bốn yếu tố là khác nhau.

Điều kiện chum trung gian khác nhau dẫn đến việc độ lệch chuẩn trung gian khác nhau của độ chum được ký hiệu bởi $S_{I(i)}$; trong đó các điều kiện cụ thể được liệt kê trong dấu ngoặc. Ví dụ $S_{I(TO)}$ là độ lệch chuẩn trung gian của độ chum với thời gian (T) và người thao tác (O) khác nhau.

0.9 Đối với các phép đo thực hiện trong điều kiện chum trung gian thì một hoặc nhiều yếu tố liệt kê trong mục 0.7 là khác nhau. Với điều kiện lặp lại, những yếu tố đó được giả thiết là không đổi.

Độ lệch chuẩn của các kết quả thử nghiệm nhận được trong điều kiện lặp lại thường nhỏ hơn độ lệch chuẩn của các kết quả thử nghiệm nhận được trong điều kiện chum trung gian. Nói chung trong phân tích hoá học độ lệch chuẩn trong điều kiện chum trung gian có thể lớn hơn hai đến ba lần độ lệch chuẩn trong điều kiện lặp lại. Tất nhiên độ lệch đó không thể vượt quá độ lệch chuẩn tái lập.

Ví dụ khi xác định lượng đồng trong quặng đồng, một thí nghiệm phối hợp giữa 35 phòng thí nghiệm đã phát hiện ra rằng độ lệch chuẩn trong điều kiện chum trung gian với một yếu tố khác nhau (cùng người thao tác và cùng thiết bị nhưng thời gian đo khác nhau) lớn hơn 1,5 lần so với độ lệch chuẩn trong điều kiện lặp lại. Điều đó đúng đối với cả hai phương pháp: đo trọng lực bằng điện phân và chuẩn độ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo –

Phần 3: Các thước đo trung gian độ chụm của phương pháp đo tiêu chuẩn

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

Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này quy định bốn thước đo trung gian độ chụm dựa theo những thay đổi về điều kiện quan trắc trong một phòng thí nghiệm (thời gian, hiệu chuẩn, người thao tác và thiết bị). Có thể xác định những thước đo trung gian này bằng thí nghiệm trong một phòng thí nghiệm cụ thể hoặc bằng thí nghiệm so sánh liên phòng.

Ngoài ra, trong tiêu chuẩn này còn:

- a) Thảo luận những hàm ý trong các định nghĩa về thước đo trung gian độ chụm;
- b) Diễn giải và ứng dụng việc ước lượng thước đo trung gian độ chụm trong những tình huống thực tế
- c) Không đưa ra một thước đo sai số nào trong việc ước lượng thước đo trung gian độ chụm;
- d) Không đề cập đến việc xác định độ đúng của bản thân phương pháp đo nhưng có thảo luận các mối liên hệ giữa độ đúng và điều kiện đo.

1.2 Tiêu chuẩn này chỉ liên quan tới những phương pháp đo tạo ra các phép đo trên một thang đo liên tục và cho một giá trị đơn là kết quả thử nghiệm mặc dù giá trị đơn này có thể là kết quả tính toán từ tập hợp của các quan trắc.

1.3 Thực chất việc xác định những thước đo trung gian độ chụm là đánh giá khả năng của phương pháp đo lặp lại kết quả phép thử trong những điều kiện xác định.

TCVN 6910-3: 2001

1.4 Các phương pháp thống kê được thực hiện trong tiêu chuẩn này dựa vào giả thuyết là có thể tập hợp thông tin từ những điều kiện đo "tương tự" để nhận được thông tin chính xác hơn về các thước đo trung gian độ chụm. Giả thuyết này có hiệu lực khi yêu cầu "tương tự" phải đúng là "tương tự". Nhưng sẽ rất khó khăn để giữ vững giả thuyết này khi thước đo trung gian độ chụm được ước lượng từ một nghiên cứu so sánh liên phòng. Ví dụ, sẽ là rất khó khăn để kiểm soát ảnh hưởng của "thời gian" hoặc của "người thao tác" qua nhiều phòng thí nghiệm bằng cách như thế nào đó làm cho chúng "tương tự" nhau để việc tập hợp thông tin từ những phòng thí nghiệm khác nhau là có ý nghĩa. Như vậy yêu cầu phải thận trọng khi sử dụng kết quả của những nghiên cứu so sánh liên phòng về thước đo trung gian độ chụm. Những nghiên cứu trong phạm vi một phòng thí nghiệm cũng phải dựa vào giả thuyết này, nhưng những nghiên cứu như vậy thực tế hơn vì khi đó nhà phân tích kiểm soát và hiểu biết rõ hơn về tác động thực của yếu tố.

1.5 Ngoài những kỹ thuật đã được mô tả trong tiêu chuẩn này để ước lượng và xác nhận các thước đo trung gian độ chụm trong một phòng thí nghiệm còn có những kỹ thuật khác, ví dụ các biểu đồ kiểm soát (xem TCVN 6910 - 6). Tiêu chuẩn này không đòi hỏi mô tả cách tiếp cận duy nhất để ước lượng thước đo trung gian độ chụm trong phạm vi một phòng thí nghiệm cụ thể.

Chú thích 1 - Tiêu chuẩn này đề cập tới các thiết kế thí nghiệm như những thiết kế đã được sắp xếp. Một số thông tin cơ bản cho trong phụ lục B và C. Những tài liệu tham khảo khác thuộc lĩnh vực này được cho trong phụ lục E.

2 Tiêu chuẩn viện dẫn

ISO 3534 - 1 : 1993, Thống kê học - Từ vựng và ký hiệu - Phần 1: Thuật ngữ về xác suất và thống kê đại cương.

TCVN 6910 - 1: 2001, Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo - Phần 1: Những nguyên tắc và định nghĩa chung.

TCVN 6910 - 2 : 2001, Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo - Phần 2: Phương pháp cơ bản xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn.

ISO Guide 33 : 1989, Sử dụng mẫu chuẩn đã chứng nhận.

ISO Guide 35 : 1989, Chứng nhận mẫu chuẩn. Những nguyên tắc chung và thống kê.

3 Định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này áp dụng các định nghĩa cho trong ISO 3534-1 và TCVN 6910-1.

Các ký hiệu sử dụng trong TCVN 6910 được cho ở phụ lục A.

TCVN 6910-3: 2001

5.5 Trong thực tế "thiết bị" thường là bộ thiết bị và mọi thay đổi trong bất kỳ thành phần quan trọng nào của bộ thiết bị đều phải được coi là thiết bị khác. Phải định rõ thành phần quan trọng của bộ thiết bị là gì. Sự thay đổi nhiệt kế sẽ được coi là một thành phần quan trọng đáng kể, nhưng việc sử dụng một bình khác đôi chút về khả năng chứa nước có thể coi là bình thường. Sự thay đổi một mẻ thuốc thử phải được xem là thành phần quan trọng đáng kể. Sự thay đổi đó có thể dẫn đến "thiết bị" khác hoặc sự hiệu chuẩn lại nếu sự thay đổi như vậy kéo theo việc hiệu chuẩn.

5.6 Trong điều kiện lặp lại tất cả bốn yếu tố đều ở trạng thái 1 của bảng 1. Đối với điều kiện chụm trung gian có một hoặc nhiều hơn yếu tố ở trạng thái 2 của bảng 1 và chúng được xác định như là "điều kiện chụm với M yếu tố khác nhau", trong đó M là số các yếu tố ở trạng thái 2. Trong điều kiện tái lập các kết quả thu được từ các phòng thí nghiệm khác nhau như vậy không chỉ tất cả bốn yếu tố ở trạng thái 2 mà còn có những ảnh hưởng phụ do sự khác nhau giữa các phòng thí nghiệm về quản lý và duy trì phòng thí nghiệm, về trình độ đào tạo chung của người thao tác, về sự ổn định và kiểm tra các kết quả thử nghiệm v.v...

5.7 Trong điều kiện độ chụm trung gian với M yếu tố khác nhau cần phải xác định những yếu tố nào ở trạng thái 2 của bảng 1 bằng các chỉ số.

Ví dụ:

- Độ lệch chuẩn của độ chụm trung gian do khác nhau về thời gian, $s_{(T)}$;
- Độ lệch chuẩn của độ chụm trung gian do khác nhau về hiệu chuẩn, $s_{(C)}$;
- Độ lệch chuẩn của độ chụm trung gian do khác nhau về người thao tác, $s_{(O)}$;
- Độ lệch chuẩn của độ chụm trung gian do khác nhau về thời gian + người thao tác, $s_{(TO)}$;
- Độ lệch chuẩn của độ chụm trung gian do khác nhau về thời gian + người thao tác + thiết bị, $s_{(TOE)}$;
- Và nhiều trường hợp khác theo cách đánh chỉ số tương tự.

6 Mô hình thống kê

6.1 Mô hình cơ sở

Để đánh giá độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo, thường giả thiết rằng mỗi kết quả thử nghiệm y đều bằng tổng của 3 thành phần:

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

trong đó, với mỗi vật liệu cụ thể được thử nghiệm:

m là trung bình chung (kỳ vọng)

B là thành phần phòng thí nghiệm của độ chệch trong điều kiện lặp lại.

4 Yêu cầu chung

Để các phép đo được thực hiện như nhau, phương pháp đo phải được tiêu chuẩn hoá. Tất cả các phép đo là phần hợp thành thí nghiệm trong một phòng thí nghiệm cụ thể hoặc của một thí nghiệm so sánh liên phòng phải được tiến hành theo tiêu chuẩn đó.

5 Các yếu tố quan trọng

5.1 Bốn yếu tố (thời gian., hiệu chuẩn, người thao tác và thiết bị) thuộc điều kiện đo trong một phòng thí nghiệm được coi là những thành phần chính tạo ra khả năng thay đổi của các phép đo (xem bảng 1).

5.2 "Những phép đo được tiến hành trong cùng một thời gian" là những phép đo có thể thực hiện được trong một thời gian ngắn nhằm giảm thiểu những thay đổi về điều kiện đo, như các điều kiện môi trường, những điều kiện này không thể đảm bảo luôn luôn không đổi. "Những phép đo được tiến hành ở những thời gian khác nhau" là những phép đo được thực hiện trong những khoảng thời gian dài, những phép đo này chứa các ảnh hưởng do thay đổi của điều kiện môi trường

Bảng 1 - Bốn yếu tố quan trọng và trạng thái của chúng

Yếu tố	Điều kiện đo trong một phòng thí nghiệm	
	Trạng thái 1 (giống nhau)	Trạng thái 2 (khác nhau)
Thời gian	Các phép đo được tiến hành trong cùng một thời gian	Các phép đo được tiến hành ở những thời gian khác nhau
Hiệu chuẩn	Giữa các phép đo không tiến hành hiệu chuẩn	Giữa các phép đo có tiến hành hiệu chuẩn
Người thao tác	Cùng người thao tác	Người thao tác khác nhau
Thiết bị	Cùng thiết bị chưa hiệu chuẩn lại	Thiết bị khác nhau

5.3 "Hiệu chuẩn" ở đây không đề cập tới bất kỳ phép hiệu chuẩn nào mà phương pháp đo yêu cầu như một phần cần có của phương pháp để nhận được kết quả thử nghiệm. Ở đây chỉ nói đến quá trình hiệu chuẩn thực hiện vào những khoảng thời gian đều đặn giữa các nhóm phép đo trong một phòng thí nghiệm.

5.4 Trong một vài thao tác "người thao tác" thực tế có thể là một nhóm người thao tác, mỗi thành viên của nhóm thực hiện một phần việc cụ thể nào đó của quá trình. Trong trường hợp như vậy, nhóm phải được xem là một người thao tác và bất kỳ thay đổi nào về thành viên hoặc về phân công nhiệm vụ trong nhóm phải được xem là có người thao tác khác.

$$y = m + B_0 + B_{(1)} + B_{(2)} + \dots + e \quad \dots (3)$$

hoặc

$$y = \mu + \delta + B_0 + B_{(1)} + B_{(2)} + \dots + e \quad \dots (4)$$

trong đó B là sự hợp thành của các biến $B_0, B_{(1)}, B_{(2)} \dots$ và có thể tính theo số yếu tố độ chụm trung gian. Trong thực tế, các mục tiêu của việc nghiên cứu và sự cân nhắc về độ nhạy của phương pháp đo sẽ quyết định phạm vi sử dụng mô hình. Trong nhiều trường hợp có thể sử dụng các dạng rút gọn.

6.4 Các số hạng $B_0, B_{(1)}, B_{(2)} \dots$

6.4.1 Trong điều kiện lặp lại, tất cả các thành phần này không đổi và cộng thêm vào độ chệch của kết quả thử nghiệm. Trong điều kiện chụm trung gian, B_0 là ảnh hưởng cố định của các yếu tố còn lại giống nhau (trạng thái 1 của bảng 1), trong khi $B_{(1)}, B_{(2)} \dots$ là những ảnh hưởng ngẫu nhiên của các yếu tố biến đổi (trạng thái 2 bảng.1). Các thành phần này không góp phần vào độ chệch nữa nhưng làm tăng độ lệch chuẩn chụm trung gian tới mức trở thành lớn hơn so với độ lệch chuẩn lặp lại.

6.4.2 Những ảnh hưởng do sự khác biệt giữa những người thao tác bao gồm cả các thói quen cá nhân trong việc thực hiện phương pháp đo (ví dụ việc đọc giá trị độ chia trên thang đo v.v...). Một vài sự khác biệt đó phải được loại trừ bằng việc tiêu chuẩn hoá phương pháp đo, đặc biệt là phải mô tả chính xác, rõ ràng các kỹ thuật có trong phương pháp. Thậm chí độ chệch có trong những kết quả phép thử thu được từ cá nhân một người thao tác không phải luôn là hằng số (ví dụ độ lớn của độ chệch thay đổi tùy theo trạng thái sinh lý của con người trong ngày hôm đó) và không thể hiệu chỉnh hoặc định cỡ được sai lệch này một cách chính xác. Phải giảm độ lớn của sai lệch như vậy bằng cách đào tạo và sử dụng tài liệu hướng dẫn thao tác rõ ràng. Trong hoàn cảnh như vậy ảnh hưởng do thay đổi người thao tác được xem là mang bản chất ngẫu nhiên.

6.4.3 Những ảnh hưởng do sự khác biệt giữa các thiết bị gồm những ảnh hưởng do vị trí lắp đặt khác nhau, đặc biệt là do dao động của chỉ thị v.v... Một vài ảnh hưởng do sự khác biệt giữa các thiết bị có thể hiệu chỉnh bằng việc hiệu chuẩn chính xác. Những sai khác do nguyên nhân hệ thống của thiết bị phải được hiệu chỉnh bằng hiệu chuẩn và một quy trình như vậy phải được bao gồm trong phương pháp tiêu chuẩn. Ví dụ sự thay đổi trong một nhóm thuốc thử có thể xử lý bằng cách như vậy. Cần có một giá trị quy chuẩn được chấp nhận và cần tham khảo ISO Guide 33 và ISO Guide 35 cho công việc này. Ảnh hưởng còn lại của thiết bị sau khi đã được hiệu chuẩn bằng mẫu chuẩn được xem là ảnh hưởng ngẫu nhiên.

6.4.4 Những ảnh hưởng do thời gian có thể gây ra do sự khác nhau về môi trường, như sự thay đổi nhiệt độ, độ ẩm trong phòng v.v... Phải cố gắng tiêu chuẩn hoá các điều kiện môi trường nhằm giảm thiểu những ảnh hưởng này.

6.4.5 Ảnh hưởng do kỹ năng hoặc sự mệt mỏi của người thao tác có thể xem là sự tác động qua lại của người thao tác với thời gian. Tính năng của một tập hợp thiết bị có thể khác nhau tại thời điểm bắt

e là sai số ngẫu nhiên xuất hiện trong mọi phép đo trong điều kiện lặp lại.

Dưới đây sẽ đề cập tới từng thành phần này và việc mở rộng mô hình cơ sở.

6.2 Trung bình chung, m

6.2.1 Trung bình chung, m , là trung bình lấy trên toàn bộ các kết quả thí nghiệm. Giá trị của m thu được trong một nghiên cứu phối hợp (xem TCVN 6910- 2) phụ thuộc duy nhất vào "giá trị thực" và phương pháp đo. Nó không phụ thuộc vào phòng thí nghiệm, thiết bị, người thao tác hoặc thời gian trong đó kết quả thử nghiệm thu được. Trung bình chung của vật liệu cụ thể được đo gọi là "mức của phép thử". Ví dụ: các mẫu với độ tinh khiết khác nhau của một chất hoá học hoặc các chất liệu khác (ví dụ các loại thép khác nhau) sẽ tương ứng với các mức thử khác nhau.

Trong nhiều trường hợp, khái niệm giá trị thực μ vẫn có thể áp dụng, chẳng hạn nồng độ thực của dung dịch đang được chuẩn độ. Mức thử m thường không bằng giá trị thực (μ). Hiệu ($m - \mu$) được gọi là "độ chệch" của phương pháp đo.

Trong một số trường hợp, mức thử được định nghĩa riêng bằng phương pháp đo và khái niệm giá trị thực độc lập không còn được áp dụng. Ví dụ độ cứng Vickers của thép và chỉ số Micum của than cốc thuộc phạm trù này. Song một cách tổng quát, độ chệch được ký hiệu bằng δ ($\delta = 0$ khi không tồn tại giá trị thực) khi đó trung bình chung m là:

$$m = \mu + \delta \quad \dots (2)$$

Chú thích 2 -Thảo luận về độ chệch δ và mô tả các thí nghiệm về độ đúng được cho trong TCVN 6910-4.

6.2.2 Khi khảo sát sự khác nhau giữa các kết quả thử nghiệm thu được bằng cùng một phương pháp đo, độ chệch của phương pháp có thể không có ảnh hưởng và có thể bỏ qua trừ khi độ chệch đó là hàm của mức thử. Độ chệch của phương pháp đo cần được tính đến khi so sánh các kết quả thử nghiệm với một giá trị qui định trong hợp đồng hoặc với một giá trị tiêu chuẩn khi hợp đồng hoặc qui định kỹ thuật để cập tới giá trị thực μ , nhưng không để cập tới mức thử m , hoặc khi so sánh các kết quả thử nghiệm thu được bằng cách sử dụng nhiều phương pháp đo khác nhau.

6.3 Số hạng B

6.3.1 B là số hạng biểu thị độ lệch của phòng thí nghiệm so với m do một hoặc nhiều nguyên nhân gây ra, không kể sai số ngẫu nhiên xuất hiện trong mọi kết quả thử nghiệm. Trong điều kiện lặp lại của một phòng thí nghiệm, B được xem như không đổi và được gọi là "thành phần phòng thí nghiệm của độ chệch".

6.3.2 Tuy nhiên khi sử dụng thường xuyên một phương pháp đo, điều thấy rõ là một số lượng lớn các ảnh hưởng đã thể hiện trong giá trị chung của B . Những ảnh hưởng đó là do, ví dụ sự thay đổi của người thao tác, thiết bị sử dụng hoặc việc hiệu chuẩn thiết bị và môi trường (nhiệt độ, độ ẩm, ô nhiễm không khí v.v...)) gây ra. Mô hình thống kê (phương trình 1) có thể viết lại dưới dạng:

đầu sử dụng và thời điểm sau đó nhiều giờ là ví dụ về sự tác động qua lại của thiết bị và thời gian. Khi số người thao tác là ít và thậm chí tập hợp thiết bị còn nhỏ hơn thì những ảnh hưởng gây nên do những yếu tố này được đánh giá như những ảnh hưởng cố định (không phải là ngẫu nhiên).

6.4.6 Những quy trình cho trong TCVN 6910- 2 được xây dựng với giả thiết rằng phân bố các thành phần phòng thí nghiệm của độ chệch là gần chuẩn. Nhưng trong thực tế, chúng vẫn được thực hiện với hầu hết các phân bố miễn sao đó là những phân bố một đỉnh. Phương sai của B được gọi là "phương sai thành phần phòng thí nghiệm của độ chệch" biểu thị bằng:

$$\text{var}(B) = \sigma_L^2 \quad \dots (5)$$

Đương nhiên phương sai này cũng còn chứa những ảnh hưởng do thay đổi của người thao tác, thiết bị, thời gian và môi trường. Phương sai độ chụm trung gian có thể tính được từ thí nghiệm độ chụm sử dụng những người thao tác, lần đo, môi trường ... khác nhau trong một thiết kế thí nghiệm đã được sắp xếp. Phương sai $\text{var}(B)$ được xem là bao gồm cả các thành phần độc lập của phòng thí nghiệm, người thao tác, ngày thí nghiệm, môi trường v.v...

$$\text{var}(B) = \text{var}(B_0) + \text{var}(B_{(1)}) + \text{var}(B_{(2)}) + \dots \quad \dots (6)$$

Các phương sai được ký hiệu bởi:

$$\text{var}(B_0) = \sigma_{(0)}^2$$

$$\text{var}(B_{(1)}) = \sigma_{(1)}^2$$

$$\text{var}(B_{(2)}) = \sigma_{(2)}^2, \dots \quad \dots (7)$$

Phương sai $\text{var}(B)$ được ước lượng nhờ những thành phần thực tế như S_L^2 và những ước lượng độ chụm trung gian tương tự có thể thu được từ những thí nghiệm đã được thiết kế thích hợp.

6.5 Số hạng sai số, ϵ

6.5.1 Thuật ngữ này biểu thị sai số ngẫu nhiên xuất hiện trong mọi kết quả thử nghiệm và các quy trình để cập tới trong toàn bộ tiêu chuẩn này được xây dựng với giả thiết rằng phân bố của biến số sai số này là gần phân bố chuẩn nhưng trong thực tế các quy trình này vẫn được thực hiện cho hầu hết các phân bố miễn sao chúng là các phân bố một đỉnh.

6.5.2 Trong một phòng thí nghiệm riêng rẽ, phương sai của nó được gọi là phương sai của phòng thí nghiệm đó và được biểu thị là

$$\text{var}(\epsilon) = \sigma_w^2 \quad \dots (8)$$

6.5.3 Có thể σ_w^2 sẽ có những giá trị khác nhau trong các phòng thí nghiệm khác nhau do có sự khác nhau về kỹ năng của người thao tác, nhưng trong tiêu chuẩn này điều đó được giả thiết rằng đối với

TCVN 6910-3: 2001

phương pháp đo đã tiêu chuẩn hoá một cách hoàn chỉnh thì những khác nhau như vậy giữa các phòng thí nghiệm phải là nhỏ và như vậy cho phép thiết lập một giá trị chung của phương sai trong phòng thí nghiệm cho tất cả các phòng thí nghiệm sử dụng cùng phương pháp đo đó. Giá trị chung này được ước lượng bằng trung bình của các phương sai phòng thí nghiệm và được gọi là "phương sai lặp lại, ký hiệu bằng:

$$\sigma_r^2 = \overline{\text{var}(e)} \quad \dots\dots(9)$$

Giá trị trung bình này được lấy đối với tất cả các phòng thí nghiệm tham gia thí nghiệm độ chính xác còn lại sau khi đã loại trừ các giá trị bất thường.

7 Chọn điều kiện đo

7.1 Khi áp dụng phương pháp đo, nhiều điều kiện đo của phòng thí nghiệm có thể trùng nhau như:

- a) các điều kiện lặp lại (4 yếu tố không đổi);
- b) một số điều kiện chụm trung gian với một yếu tố khác nhau;
- c) một số điều kiện chụm trung gian với hai yếu tố khác nhau;
- d) một số điều kiện chụm trung gian với ba yếu tố khác nhau;
- e) các điều kiện chụm trung gian với bốn yếu tố khác nhau.

Trong tiêu chuẩn về phương pháp đo không nhất thiết phải công bố tất cả thước đo độ chụm có thể có, mặc dù độ lệch chuẩn lặp lại luôn luôn phải được xác định. Trong thực tế thương mại chung phải chỉ ra những điều kiện thường gặp về thước đo trung gian độ chụm và chúng phải đủ để xác định một thước đo trung gian độ chụm thích hợp duy nhất cùng với một quy định chi tiết về những điều kiện đo cụ thể gắn liền với nó. Yếu tố điều kiện đo thay đổi phải được xác định cẩn thận. Đặc biệt đối với độ chụm trung gian thời gian khác nhau, khoảng thời gian thực tế trung bình giữa những lần đo liên tiếp phải được xác định.

7.2 Giả thiết rằng phương pháp đo tiêu chuẩn có thể sai lệch đôi chút và sai lệch vốn có của chính phương pháp phải được xem xét bằng những phương tiện kỹ thuật. Vì thế tiêu chuẩn này chỉ nghiên cứu độ chệch phát sinh từ những điều kiện đo.

7.3 Sự thay đổi các yếu tố của điều kiện đo (thời gian, hiệu chuẩn, người thao tác và thiết bị) so với những điều kiện lặp lại (nghĩa là từ trạng thái 1 đến trạng thái 2 bằng 1) sẽ làm tăng khả năng thay đổi của các kết quả thử nghiệm. Tuy nhiên kỳ vọng của giá trị trung bình của một số lượng kết quả thử nghiệm sẽ sai lệch ít hơn trong những điều kiện lặp lại. Sự tăng lên của độ lệch chuẩn trong điều kiện về độ chụm trung gian có thể được khắc phục bằng cách lấy kết quả trích dẫn cuối cùng không phải là một kết quả thử nghiệm đơn mà là trung bình của một số kết quả thử nghiệm.

7.4 Trong đa số các phòng thí nghiệm việc khảo sát thực tế như khảo sát độ chụm (độ lệch chuẩn) mong muốn của kết quả trích dẫn cuối cùng và chi phí thực hiện các phép đo sẽ quyết định số yếu tố và việc lựa chọn yếu tố mà sự thay đổi của nó có thể được nghiên cứu khi tiêu chuẩn hoá phương pháp đo.

8 Nghiên cứu và phân tích thước đo trung gian độ chụm của phòng thí nghiệm

8.1 Cách tiếp cận đơn giản nhất

Phương pháp đơn giản nhất để xác định độ lệch chuẩn của độ chụm trung gian của phòng thí nghiệm gồm việc lấy mẫu (hoặc đối với thử nghiệm phá huỷ là tập hợp các mẫu giả thiết giống nhau) và thực hiện một loạt n phép đo với sự thay đổi các yếu tố giữa mỗi lần đo. n được khuyến nghị ít nhất phải bằng 15. Điều này có thể không thoả mãn đối với phòng thí nghiệm và phương pháp ước lượng thước đo trung gian độ chụm trong một phòng thí nghiệm như vậy không thể được coi là hiệu quả so với các phương pháp khác. Tuy nhiên việc phân tích ở đây là đơn giản nên có thể dùng phương pháp này để nghiên cứu độ chụm trung gian với thời gian khác nhau bằng cách thực hiện các phép đo liên tiếp trên cùng một mẫu vào những ngày liên tiếp hoặc nghiên cứu ảnh hưởng của việc hiệu chuẩn giữa các lần đo.

Nên dùng đồ thị của $(y_k - \bar{y})$ theo chỉ số k của phép đo để nhận biết những giá trị bất thường, trong đó y_k là kết quả của thử nghiệm thứ k và \bar{y} là giá trị trung bình của n lần kết quả thử nghiệm lặp lại. Một phép thử chính thức hơn về giá trị bất thường bao gồm việc áp dụng phép thử Grubb như đã cho trong 7.3.4 của TCVN 6910 - 2 : 2001.

Ước lượng của độ lệch chuẩn trung gian của độ chụm với M yếu tố khác nhau được cho bởi:

$$s_{H1} = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{k=1}^n (y_k - \bar{y})^2} \quad \dots (10)$$

Trong đó những ký hiệu biểu thị điều kiện chụm trung gian phải để trong dấu ngoặc đơn.

8.2 Phương pháp luân chuyển

8.2.1 Phương pháp luân chuyển khảo sát t nhóm phép đo. mỗi nhóm chứa n kết quả thử nghiệm lặp lại. Ví dụ trong phạm vi một phòng thí nghiệm, mỗi vật liệu thuộc tập hợp t vật liệu có thể được đo và sau đó yếu tố chụm trung gian có thể thay đổi và t vật liệu được đo lại, quy trình được lặp lại cho đến khi có n kết quả thử nghiệm của mỗi vật liệu thuộc t vật liệu. Mỗi nhóm n kết quả thử nghiệm phải thu được trên cùng một mẫu (hoặc tập hợp các mẫu được giả thiết là giống hệt nhau đối với phép thử phá huỷ) nhưng không nhất thiết là các vật liệu phải giống hệt nhau. Yêu cầu duy nhất là tất cả t vật liệu đều nằm trong phạm vi các mức thử và trong đó có thể xem xét để sử dụng một giá trị độ lệch chuẩn

TCVN 6910-3: 2001

trung gian của độ chụm với M yếu tố khác nhau. Giá trị $t(n-1)$ được khuyến nghị ít nhất phải bằng 15.

Ví dụ:

Một người thao tác thực hiện một phép đo đơn trên từng vật liệu thuộc t vật liệu, sau đó phép đo này được lặp lại bởi người thao tác thứ hai và có thể được lặp lại bởi người thao tác thứ ba, thứ tư v.v... cho đến khi cho phép tính được ước lượng $s_{(j)}$.

8.2.2 Nên dùng đồ thị của $(y_{jk} - \bar{y}_j)$ theo chỉ số j của vật liệu để nhận biết các giá trị bất thường trong đó y_{jk} là kết quả thử nghiệm thứ k trên vật liệu thứ j và \bar{y}_j là trung bình của n kết quả trên vật liệu thứ j . Một phép thử chính thức hơn về những giá trị bất thường bao gồm việc áp dụng phép thử Grubb như đã cho ở 7.3.4 trong TCVN 6910 - 2 : 2001 đã được tổ hợp lại cho từng nhóm riêng biệt hoặc cho tất cả tn các kết quả thử nghiệm.

Ước lượng của độ lệch chuẩn trung gian của độ chụm với M yếu tố khác nhau, $s_{(j)}$ được cho bởi công thức:

$$s_{(j)} = \sqrt{\frac{1}{t(M-1)} \sum_{i=1}^t \sum_{k=1}^n (y_{ik} - \bar{y}_j)^2} \quad \dots\dots(11)$$

Với $n = 2$ (nghĩa là có 2 kết quả thử nghiệm trên mỗi vật liệu), công thức đơn giản là:

$$s_{(j)} = \sqrt{\frac{1}{2t} \sum_{i=1}^t (y_{i1} - \bar{y}_{j2})^2} \quad \dots\dots(12)$$

8.3 Ảnh hưởng của điều kiện đo đối với kết quả trích dẫn cuối cùng

8.3.1 Kỳ vọng của \bar{y} khác nhau giữa tổ hợp này và tổ hợp khác của thời gian, hiệu chuẩn, người thao tác và thiết bị, thậm chí khi chỉ có một trong bốn yếu tố thay đổi. Đây là điều hạn chế của việc sử dụng giá trị trung bình. Trong phân tích hoá học hoặc thí nghiệm vật lý, \bar{y} được thông báo là kết quả trích dẫn cuối cùng. Trong mua bán vật liệu thô, kết quả trích dẫn cuối cùng thường được sử dụng để đánh giá chất lượng của vật liệu thô và ảnh hưởng đáng kể đến giá thành của sản phẩm.

Ví dụ:

Trong mua bán than trên thị trường quốc tế, sức chứa của kho thường trên 70 000 tấn và hàm lượng tro được xác định cuối cùng trong một mẫu thử chỉ là 1 g. Theo hợp đồng quy định cứ mỗi phần hơn kém 1% tro thì tương ứng với giá 1,5 USD cho 1 tấn than. Lượng hơn kém 1 mg khối lượng tro khi cân tro bằng cân hoá học tương ứng với 0,1 % tro trong thành phần, nghĩa là 0,15 USD cho 1 tấn than, còn cho cả kho thì sự thay đổi này tương đương với 10 500 USD (0,1 x 1,5 x 70 000).

8.3.2 Do đó, kết quả trích dẫn cuối cùng của các phân tích hoá học hoặc thí nghiệm vật lý phải có độ chính xác cần thiết, độ tin cậy cao, đặc biệt là khả năng tái lập và tính phổ quát. Kết quả trích dẫn cuối

cùng có thể được đảm bảo chỉ trong điều kiện một người thao tác xác định, thiết bị hay thời gian có thể không đủ tốt đối với những xem xét thương mại.

9 Nghiên cứu và phân tích liên phòng thí nghiệm đối với các thước đo trung gian độ chụm

9.1 Những giả thiết cơ bản

Việc ước lượng thước đo trung gian độ chụm từ nghiên cứu liên phòng dựa vào giả thiết rằng ảnh hưởng của một yếu tố cụ thể đối với tất cả các phòng thí nghiệm là như nhau. Ví dụ, khi thay đổi các người thao tác trong một phòng thí nghiệm sẽ có cùng ảnh hưởng như khi thay đổi các người thao tác trong phòng thí nghiệm khác, hoặc sự thay đổi do thời gian là như nhau đối với tất cả các phòng thí nghiệm. Nếu giả thiết này bị vi phạm thì khái niệm thước đo trung gian độ chụm cũng như các biện pháp kỹ thuật được đề xuất trong các mục tiếp theo để ước lượng thước đo trung gian độ chụm sẽ không còn ý nghĩa. Cần phải lưu ý thích đáng đến những giá trị bất thường (không cần thiết phải loại bỏ các giá trị này) vì điều đó sẽ giúp ích cho việc phát hiện những khác biệt với các giả thiết để tập hợp thông tin từ tất cả các phòng thí nghiệm. Một kỹ thuật tốt có thể phát hiện được những giá trị bất thường đó là mô tả đồ thị các phép đo như là hàm của các mức khác nhau của các yếu tố hoặc là hàm của nhiều phòng thí nghiệm khác nhau tham gia vào nghiên cứu.

9.2 Cách tiếp cận đơn giản nhất

Nếu vật liệu tại q mức được gửi đến p phòng thí nghiệm, từng phòng thí nghiệm thực hiện các phép đo tại từng mức trong q mức thử có thay đổi các yếu tố chụm trung gian trong từng phép đo của n phép đo, thì việc phân tích được thực hiện bằng cùng một phương pháp tính toán như trình bày trong TCVN6910-2, nhưng phải ước lượng độ lệch chuẩn trung gian của độ chụm thay cho độ lệch chuẩn lặp lại.

9.3 Thí nghiệm xếp chồng

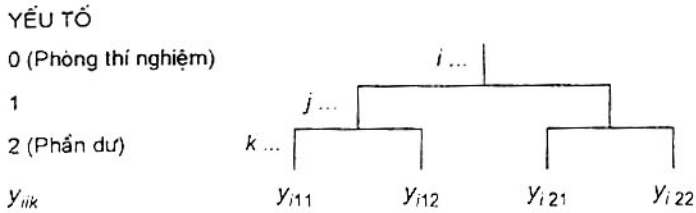
Nghiên cứu sâu hơn phương pháp ước lượng thước đo trung gian độ chụm nhằm thực hiện các thí nghiệm phức tạp hơn. Những thí nghiệm này có thể là thí nghiệm xếp chồng so le hoặc thí nghiệm xếp chồng đầy đủ (xem định nghĩa những thuật ngữ này trong ISO 3534 - 3). Lợi ích của việc tham gia thiết kế thí nghiệm xếp chồng là có thể tại một thời điểm, trong cùng một thí nghiệm liên phòng, không những chỉ ước lượng được độ lệch chuẩn lặp lại và độ lệch chuẩn tái lập mà còn có thể ước lượng một hoặc vài độ lệch chuẩn của trung gian độ chụm. Tuy nhiên, vẫn còn một số vấn đề cần phải cân nhắc sẽ được giải thích ở 9.8.

9.4 Thí nghiệm xếp chồng đầy đủ

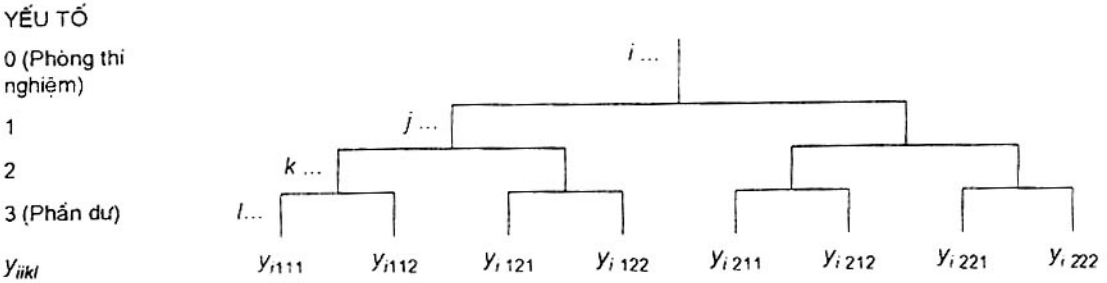
Sơ đồ bố trí thí nghiệm xếp chồng đầy đủ tại một mức thử cụ thể của phép thử được cho trong hình 1.

TCVN 6910-3: 2001

Bằng thực hiện thí nghiệm xếp chồng đầy đủ ba yếu tố trong một số phòng thí nghiệm có thể nhận được một thước đo trung gian độ chụm đồng thời với độ lệch chuẩn lặp lại và độ lệch chuẩn tái lập. nghĩa là có thể ước lượng được $\sigma_{(0)}$, $\sigma_{(1)}$ và $\sigma_{..}$. Tương tự, có thể sử dụng thí nghiệm xếp chồng đầy đủ 4 yếu tố để thu được hai thước đo độ chụm trung gian nghĩa là có thể ước lượng được $\sigma_{(0)}$, $\sigma_{(1)}$, $\sigma_{(2)}$ và $\sigma_{..}$.



a) Thí nghiệm xếp chồng đầy đủ ba yếu tố



b) Thí nghiệm xếp chồng đầy đủ bốn yếu tố

Hình 1 - Sơ đồ bố trí thí nghiệm xếp chồng đầy đủ ba yếu tố và bốn yếu tố.

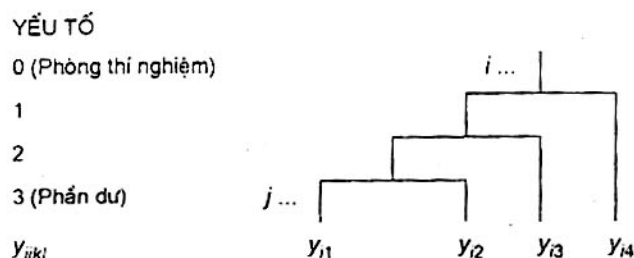
Các chỉ số i, j và k của y trong hình 1a đối với thí nghiệm xếp chồng đầy đủ ba yếu tố lần lượt biểu thị; ví dụ: phòng thí nghiệm, ngày thí nghiệm và việc tái tạo trong điều kiện lặp lại..

Các chỉ số i, j, k và l của y trong hình 1b đối với thí nghiệm xếp chồng đầy đủ bốn yếu tố lần lượt biểu thị; ví dụ: phòng thí nghiệm, ngày thí nghiệm, người thao tác và việc tái tạo trong điều kiện lặp lại.

Việc phân tích các kết quả của thí nghiệm xếp chồng đầy đủ n yếu tố cho từng mức thử được thực hiện bằng kỹ thuật thống kê "phân tích phương sai" (ANOVA) và được mô tả chi tiết trong phụ lục B.

9.5 Thí nghiệm xếp chồng so le

Sơ đồ bố trí thí nghiệm xếp chồng so le ở một mức cụ thể của phép thử cho trong hình 2



Hình 2 - Sơ đồ bố trí thí nghiệm xếp chồng so le bốn yếu tố

Thí nghiệm xếp chồng so le ba yếu tố đòi hỏi mỗi phòng thí nghiệm thứ i phải nhận được ba kết quả thử nghiệm. Những kết quả thử y_{i1} và y_{i2} nhận được trong điều kiện lặp lại và y_{i3} trong điều kiện chụm trung gian với M yếu tố khác ($M = 1, 2$ hoặc 3), ví dụ trong những điều kiện chụm trung gian thời gian khác nhau (nhận được y_{i3} vào những ngày khác nhau mà cũng vào những ngày đó các kết quả y_{i1}, y_{i2} đã thu được).

Trong thí nghiệm xếp chồng so le bốn yếu tố, kết quả y_{i4} phải nhận được trong những điều kiện chụm trung gian với hơn một yếu tố khác nhau, ví dụ trong điều kiện chụm trung gian [thời gian + người thao tác] khác nhau bằng cách thay đổi ngày và người thao tác.

Việc phân tích các kết quả của một thí nghiệm xếp chồng so le n yếu tố cho từng mức thử được thực hiện bằng kỹ thuật thống kê "phân tích phương sai" (ANOVA) và được mô tả chi tiết trong phụ lục C.

9.6 Bố trí các yếu tố trong thiết kế thí nghiệm xếp chồng

Việc bố trí các yếu tố trong thiết kế thí nghiệm xếp chồng được sắp xếp sao cho những yếu tố chịu ảnh hưởng nhiều nhất bởi tác động mang tính hệ thống phải được đặt ở bậc cao nhất (0, 1, ...) và những yếu tố chịu ảnh hưởng nhiều nhất bởi tác động mang tính ngẫu nhiên phải được đặt ở các bậc thấp nhất. yếu tố thấp nhất được xem là biến đổi phần dư. Ví dụ trong thí nghiệm 4 yếu tố như đã minh họa trên hình 1b và hình 2, yếu tố 0 có thể là phòng thí nghiệm, yếu tố 1 là người thao tác, yếu tố 2 là ngày trong đó phép đo được tiến hành và yếu tố 3 là sự lặp lại. Trong trường hợp thí nghiệm xếp chồng đầy đủ do tính đối xứng của nó, điều này có lẽ không quan trọng nữa.

9.7 So sánh thiết kế thí nghiệm xếp chồng với quy trình cho trong TCVN 6910 - 2

Do việc phân tích được tiến hành tách biệt cho từng mức thử (vật liệu) nên trong thực tế quy trình cho trong TCVN 6910 - 2 là một thiết kế thí nghiệm xếp chồng đầy đủ hai yếu tố và tạo ra hai độ lệch chuẩn: độ lệch chuẩn lặp lại và độ lệch chuẩn tái lập. Yếu tố 0 là phòng thí nghiệm và yếu tố 1 là sự tái tạo. Nếu thiết kế này được tăng thêm một yếu tố bằng cách có hai người thao tác trong mỗi phòng thí nghiệm, mỗi phòng thí nghiệm nhận được hai kết quả trong điều kiện lặp lại, sau đó cộng thêm vào độ lệch chuẩn lặp lại và tái lập thì thiết kế đó có thể xác định được độ lệch chuẩn trung gian người thao tác khác nhau của độ chụm. Mặt khác, nếu mỗi phòng thí nghiệm chỉ sử dụng một người thao tác nhưng lặp lại phép thử vào một ngày khác thì độ lệch chuẩn trung gian của độ chụm sẽ được xác định bằng thí nghiệm xếp chồng đầy đủ ba yếu tố. Cộng thêm một yếu tố nữa cho thí nghiệm bằng cách mỗi phòng thí nghiệm có hai người thao tác, mỗi người tiến hành hai phép đo và toàn bộ thí nghiệm được lặp lại trong ngày tiếp theo. Như vậy sẽ cho phép xác định được độ lệch chuẩn lặp lại, độ lệch chuẩn tái lập, độ lệch chuẩn người thao tác khác nhau, thời gian khác nhau và [thời gian + người thao tác] khác nhau.

9.8 So sánh thiết kế thí nghiệm xếp chồng đầy đủ và xếp chồng so le

Thí nghiệm xếp chồng đầy đủ n yếu tố đòi hỏi 2^{n-1} kết quả thử nghiệm từ mỗi phòng thí nghiệm. Yêu cầu này có thể là quá mức đối với các phòng thí nghiệm. Đó là điều khác với thí nghiệm xếp chồng so le. Thí nghiệm này yêu cầu ít kết quả thử nghiệm hơn để tạo ra cùng một số lượng độ lệch chuẩn dù quá trình phân tích có phức tạp hơn đôi chút và độ không đảm bảo của ước lượng các độ lệch chuẩn có lớn hơn do số kết quả thử nghiệm ít hơn.

Phụ lục A

(quy định)

Các ký hiệu và chữ viết tắt dùng trong TCVN 6910

<i>a</i>	Phần bị chặn trong mỗi quan hệ $s = a + bm$
<i>A</i>	Yếu tố dùng để tính độ không đảm bảo của ước lượng
<i>b</i>	Độ dốc trong mỗi quan hệ $s = a + bm$
<i>B</i>	Thành phần trong kết quả thử nghiệm biểu thị độ lệch của phòng thí nghiệm so với trung bình chung (thành phần phòng thí nghiệm của độ chệch)
<i>B₀</i>	Thành phần của <i>B</i> biểu thị tất cả các yếu tố không thay đổi trong điều kiện chụm trung gian
<i>B₍₁₎, B₍₂₎, ...</i>	Các thành phần của <i>B</i> biểu thị những yếu tố thay đổi trong điều kiện chụm trung gian
<i>c</i>	Phần bị chặn trong mỗi quan hệ $\lg s = c + d \lg m$
<i>C, C', C''</i>	Các thống kê kiểm nghiệm
<i>C_{crit}, C'_{crit}, C''_{crit}</i>	Các giá trị tới hạn đối với những phép kiểm nghiệm thống kê
<i>CD_P</i>	Độ sai khác tới hạn với xác suất <i>P</i>
<i>CR_P</i>	Phạm vi tới hạn với xác suất <i>P</i>
<i>d</i>	Độ dốc trong mỗi liên hệ $\lg s = c + d \lg m$
<i>e</i>	Thành phần trong kết quả thử nghiệm biểu thị sai số ngẫu nhiên tồn tại trong mọi kết quả thử nghiệm
<i>f</i>	Yếu tố phạm vi tới hạn
<i>F_p(v₁, v₂)</i>	Phân vị mức <i>p</i> của phân bố <i>F</i> với các bậc tự do <i>v₁</i> và <i>v₂</i>
<i>G</i>	Thống kê kiểm nghiệm Grubb
<i>h</i>	Thống kê kiểm nghiệm nhất quán giữa các phòng thí nghiệm của Mandel
<i>k</i>	Thống kê kiểm nghiệm nhất quán trong phòng thí nghiệm của Mandel

TCVN 6910-3: 2001

LCL	Giới hạn kiểm soát dưới (hoặc giới hạn hành động hoặc giới hạn cảnh báo)
m	Trung bình chung của đặc tính thử; mức
M	Yếu tố được xem xét trong điều kiện chụm trung gian
N	Số phép lặp
n	Số kết quả thử nghiệm thu được của phòng thí nghiệm tại một mức
p	Số phòng thí nghiệm tham gia thí nghiệm liên phòng
P	Xác suất
q	Số lượng các mức của đặc tính thử nghiệm trong thí nghiệm liên phòng
r	Giới hạn lặp lại
R	Giới hạn tái lập
RM	Mẫu chuẩn
s	Ước lượng của độ lệch chuẩn
\hat{s}	Độ lệch chuẩn dự đoán
T	Tổng thể hoặc tổng của biểu thức nào đó
t	Số các đối tượng thử nghiệm hoặc số nhóm
UCL	Giới hạn kiểm soát trên (hoặc giới hạn hành động hoặc giới hạn cảnh báo)
W	Yếu tố trọng số sử dụng trong tính toán hồi quy trọng số
w	Độ rộng của tập hợp các kết quả thử nghiệm
x	Dữ liệu sử dụng cho thử nghiệm Grubb
y	Kết quả thử nghiệm
\bar{y}	Trung bình số học của kết quả thử nghiệm
$\bar{\bar{y}}$	Trung bình chung của kết quả thử nghiệm
α	Mức ý nghĩa
β	Xác suất sai lầm loại II
γ	Tỷ số giữa độ lệch chuẩn tái lập và độ lệch chuẩn lặp lại (σ_R/σ_r)
Δ	Độ chệch phòng thí nghiệm
$\hat{\Delta}$	Ước lượng của Δ
δ	Độ chệch của phương pháp đo
$\hat{\delta}$	Ước lượng của δ
i	Sự sai khác phát hiện được giữa các độ chệch của hai phòng thí nghiệm hoặc các độ chệch của hai phương pháp đo

μ	Giá trị thực hoặc giá trị quy chiếu được chấp nhận của đặc tính thử nghiệm
ν	Số bậc tự do
ρ	Tỷ số phát hiện được giữa độ lệch chuẩn lặp lại của phương pháp B và phương pháp A
σ	Giá trị thực của độ lệch chuẩn
τ	Thành phần của kết quả thử nghiệm biểu thị sự thay đổi theo thời gian từ lần hiệu chuẩn cuối cùng
ϕ	Tỷ số phát hiện được giữa căn bậc hai của bình phương trung bình giữa các phòng thí nghiệm của phương pháp B và phương pháp A
$\chi^2_p(\nu)$	Phân vị mức p của phân bố χ^2 với bậc tự do ν

Các ký hiệu được sử dụng như chỉ số

C	Sự khác nhau về hiệu chuẩn
E	Sự khác nhau về thiết bị
i	Chỉ số của một phòng thí nghiệm cụ thể
$I()$	Chỉ số của thước đo trung gian của độ chụm, trong dấu ngoặc chỉ loại tình huống trung gian
J	Chỉ số của một mức cụ thể (TCVN 6910-2) Chỉ số của một nhóm phép thử nghiệm hoặc một yếu tố (TCVN 6910-3)
k	Chỉ số của một kết quả thử nghiệm cụ thể trong phòng thí nghiệm i ở mức j
L	Liên phòng thí nghiệm (liên phòng)
m	Chỉ số của độ chệch có thể biết được
M	Mẫu thử liên phòng
O	Sự khác nhau về người thao tác
P	Xác suất
r	Độ lặp lại
R	Độ tái lập
T	Sự khác nhau về thời gian
W	Phòng thí nghiệm thành viên
1, 2, 3 ...	Đối với các kết quả thử nghiệm, đánh số theo thứ tự thu nhận chúng
(1), (2), (3) ...	Đối với các kết quả thử nghiệm, đánh số theo thứ tự tăng độ lớn

Phụ lục B
(quy định)

Phân tích phương sai trong thí nghiệm xếp chồng đầy đủ

Sự phân tích phương sai mô tả trong phụ lục này được thực hiện riêng biệt đối với từng mức thử trong thí nghiệm liên phòng. Để đơn giản, không cần thêm số chỉ để chỉ mức thử sau các dữ liệu. Cần chú ý rằng chỉ số j được sử dụng trong tiêu chuẩn này là cho yếu tố thứ 1 (yếu tố 0 là phòng thí nghiệm) trong khi ở phần khác của TCVN 6910, nó được sử dụng cho mức thử.

Phải áp dụng phương pháp mô tả trong 7.3 của TCVN 6910 - 2 : 2001 để kiểm tra các số liệu về sự nhất quán và các giá trị bất thường. Với các thiết kế được mô tả trong phụ lục này, sự phân tích chính xác các số liệu là rất phức tạp khi có một số kết quả thử nghiệm của phòng thí nghiệm bị thiếu. Nếu quyết định rằng, một số kết quả thử nghiệm của phòng thí nghiệm là các giá trị tản mạn hoặc bất thường và cần phải loại trừ khỏi việc phân tích, thì khuyến nghị là tất cả các số liệu thuộc phòng thí nghiệm đó (tại mức bị ảnh hưởng) phải loại trừ khỏi việc phân tích.

B1 Thí nghiệm xếp chồng đầy đủ ba yếu tố

Các số liệu thu được trong thí nghiệm được biểu thị bằng y_{ijk} , còn giá trị trung bình và các độ rộng của chúng là:

$$\bar{y}_j = \frac{1}{2} (y_{j1} + y_{j2}) \quad \bar{y}_i = \frac{1}{2} (\bar{y}_{i1} + \bar{y}_{i2}) \quad \bar{y} = \frac{1}{p} \sum_i \bar{y}_i$$

$$w_{y(1)} = |y_{j1} - y_{j2}| \quad w_{i(2)} = |\bar{y}_{i1} - \bar{y}_{i2}|$$

trong đó p là số phòng thí nghiệm tham gia thí nghiệm liên phòng

Tổng toàn bộ các bình phương, SST, có thể chia nhỏ như sau:

$$SST = \sum_i \sum_j \sum_k (y_{ijk} - \bar{y})^2 = SS0 + SS1 + SSe$$

trong đó:

$$SS0 = \sum_i \sum_k \sum_j (\bar{y}_i - \bar{y})^2 = 4 \sum_i (\bar{y}_i - \bar{y})^2 = 4 \sum_i (\bar{y}_i)^2 - 4p(\bar{y})^2$$

$$SS1 = \sum_i \sum_k \sum_j (\bar{y}_{ij} - \bar{y}_i)^2 = 2 \sum_i \sum_j (\bar{y}_{ij} - \bar{y}_i)^2 = \sum_i w_{i(2)}^2$$

$$SSe = \sum_j \sum_k \sum_i (y_{ijk} - \bar{y}_{ij})^2 = \frac{1}{2} \sum_i \sum_j w_{y(1)}^2$$

Khi bậc tự do của tổng các bình phương SS0, SS1, SSe tương ứng bằng $p - 1$, p và $2p$, thì bảng ANOVA được cho trong bảng B1.

Bảng B1 - Bảng ANOVA cho thí nghiệm xếp chồng đầy đủ ba yếu tố

Nguồn	Tổng các bình phương	Bậc tự do	Bình phương trung bình	Kỳ vọng bình phương trung bình
0	SS0	$p - 1$	$MS0 = SS0 / (p - 1)$	$\sigma_r^2 + 2\sigma_{(1)}^2 + 4\sigma_{(0)}^2$
1	SS1	p	$MS1 = SS1 / p$	$\sigma_r^2 + 2\sigma_{(1)}^2$
Phản dư	SSe	$2p$	$MSe = SSe / 2(p)$	σ_r^2
Tổng	SST	$4p - 1$		

Các ước lượng không chệch của $\sigma_{(0)}^2$, $\sigma_{(1)}^2$ và σ_r^2 lần lượt là $s_{(0)}^2$, $s_{(1)}^2$ và s_r^2 có thể nhận được từ các bình phương trung bình MS0, MS1 và MSe như sau:

$$s_{(0)}^2 = \frac{1}{4} (MS0 - MS1)$$

$$s_{(1)}^2 = \frac{1}{2} (MS1 - MSe)$$

$$s_r^2 = MSe$$

Ước lượng của phương sai lặp lại, phương sai trung gian một yếu tố khác nhau của độ chụm và phương sai tải lặp tương ứng là:

$$s_r^2$$

$$s_{(1)}^2 = s_r^2 + s_{(1)}^2$$

$$s_p^2 = s_r^2 - s_{(1)}^2 + s_{(0)}^2$$

B2 Thí nghiệm xếp chồng đầy đủ bốn yếu tố

Các số liệu thu được trong thí nghiệm này được biểu thị bằng y_{ijkl} , còn giá trị trung bình và các độ rộng của chúng là:

$$\bar{y}_{ijk} = \frac{1}{2} (y_{ijk1} + y_{ijk2})$$

$$w_{ijk(1)} = |y_{ijk1} - y_{ijk2}|$$

$$\bar{y}_{ij} = \frac{1}{2} (\bar{y}_{ij1} + \bar{y}_{ij2})$$

$$w_{ij(2)} = |\bar{y}_{ij1} - \bar{y}_{ij2}|$$

$$\bar{y}_i = \frac{1}{2} (\bar{y}_{i1} + \bar{y}_{i2})$$

$$w_{i(3)} = |\bar{y}_{i1} - \bar{y}_{i2}|$$

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

TCVN 6910-3: 2001

trong đó p là số các phòng thí nghiệm tham gia thí nghiệm liên phòng

Tổng toàn bộ các bình phương, SST, có thể chia nhỏ ra như sau:

$$SST = \sum_i \sum_j \sum_k \sum_l (y_{ijkl} - \bar{y})^2 = SS0 + SS1 + SS2 + SSe$$

trong đó

$$SS0 = \sum_i \sum_j \sum_k \sum_l (\bar{y}_i - \bar{y})^2 = 8 \sum_i (\bar{y}_i)^2 - 8p(\bar{y})^2$$

$$SS1 = \sum_i \sum_j \sum_k \sum_l (\bar{y}_{ij} - \bar{y}_i)^2 = 4 \sum_i \sum_j (\bar{y}_{ij} - \bar{y}_i)^2 = 2 \sum_i w_{i(3)}^2$$

$$SS2 = \sum_i \sum_j \sum_k \sum_l (\bar{y}_{ijk} - \bar{y}_{ij})^2 = 2 \sum_i \sum_j \sum_k (\bar{y}_{ijk} - \bar{y}_{ij})^2 = \sum_i \sum_j w_{ij(2)}^2$$

$$SSe = \sum_i \sum_j \sum_k \sum_l (y_{ijkl} - \bar{y}_{ijkl})^2 = \frac{1}{2} \sum_i \sum_j \sum_k w_{ijk(1)}^2$$

Với $p - 1$, p , $2p$ và $4p$ lần lượt là bậc tự do của tổng các bình phương SS0, SS1, SS2 và SSe, bảng ANOVA được cho trong bảng B2.

Bảng B2 - Bảng ANOVA cho thí nghiệm xếp chồng đầy đủ bốn yếu tố

Nguồn	Tổng các bình phương	Bậc tự do	Bình phương trung bình	Bình phương trung bình kỳ vọng
0	SS0	$p - 1$	$MS0 = SS0 / (p - 1)$	$\sigma_r^2 + 2\sigma_{(2)}^2 + 4\sigma_{(1)}^2 + 8\sigma_{(0)}^2$
1	SS1	p	$MS1 = SS1 / p$	$\sigma_r^2 + 2\sigma_{(2)}^2 + 4\sigma_{(1)}^2$
2	SS2	$2p$	$MS2 = SS2 / (2p)$	$\sigma_r^2 + 2\sigma_{(2)}^2$
Phần dư	SSe	$4p$	$MSe = SSe / (4p)$	σ_r^2
Tổng	SST	$8p - 1$		

Các ước lượng không chệch của $\sigma_{(0)}^2$, $\sigma_{(1)}^2$, $\sigma_{(2)}^2$ và σ_r^2 lần lượt là $s_{(0)}^2$, $s_{(1)}^2$, $s_{(2)}^2$ và s_r^2 , có thể nhận được từ các bình phương trung bình MS0, MS1 và MSe là:

$$s_{(0)}^2 = \frac{1}{8} (MS0 - MS1)$$

$$s_{(1)}^2 = \frac{1}{4} (MS2 - MS1)$$

$$s_{(2)}^2 = \frac{1}{2} (MS1 - MSe)$$

$$s_r^2 = MSe$$

Ước lượng của phương sai lặp lại, phương sai trung gian một yếu tố khác nhau của độ chụm, phương sai trung gian hai yếu tố khác nhau của độ chụm và phương sai tái lập tương ứng là:

$$s_r^2$$

$$s_{r(1)}^2 = s_r^2 + s_{r(2)}^2$$

$$s_{r(2)}^2 = s_r^2 + s_{r(2)}^2 + s_{r(1)}^2$$

$$s_R^2 = s_r^2 + s_{r(2)}^2 + s_{r(1)}^2 + s_{r(0)}^2$$

Phụ lục C

(quy định)

Phân tích phương sai trong thí nghiệm xếp chồng so le

Phân tích phương sai mô tả trong phụ lục này được thực hiện riêng biệt đối với từng mức thử đưa vào trong thí nghiệm liên phòng. Để đơn giản, không cần thêm chỉ số chỉ mức thử sau các số liệu. Cần chú ý rằng chỉ số j được sử dụng ở tiêu chuẩn này cho yếu tố lặp lại của thí nghiệm. Còn ở các phần khác của TCVN 6910 chỉ số j được sử dụng để chỉ các mức thử.

Phải áp dụng phương pháp mô tả trong 7.3 của TCVN 6910 - 2 : 2001 để kiểm tra các số liệu về sự nhất quán và các giá trị bất thường. Với các thiết kế được mô tả trong phụ lục này, sự phân tích chính xác các số liệu là rất phức tạp khi có một số kết quả thử nghiệm của phòng thí nghiệm bị thiếu. Nếu quyết định rằng, một số kết quả thử nghiệm của một phòng thí nghiệm là những giá trị tàn mạn hoặc bất thường và cần phải loại trừ khỏi việc phân tích, thì khuyến nghị loại trừ tất cả các số liệu thuộc phòng thí nghiệm đó (tại các mức bị ảnh hưởng) khỏi việc phân tích.

C.1 Thí nghiệm xếp chồng so le ba yếu tố

Số liệu thí nghiệm thu được của phòng thí nghiệm i được biểu thị bằng y_{ij} ($j = 1,2,3$), còn các giá trị trung bình và độ rộng của chúng là:

$$\begin{aligned}\bar{y}_{i(1)} &= \frac{1}{2} (y_{i1} + y_{i2}) & w_{i(1)} &= |y_{i1} - y_{i2}| \\ \bar{y}_{i(2)} &= \frac{1}{3} (y_{i1} + y_{i2} + y_{i3}) & w_{i(2)} &= |\bar{y}_{i(1)} - y_{i3}| \\ \bar{y} &= \frac{1}{p} \sum_i \bar{y}_{i(2)}\end{aligned}$$

trong đó p là số phòng thí nghiệm tham gia thí nghiệm liên phòng.

Tổng toàn bộ các bình phương, SST, có thể được chia nhỏ ra như sau:

$$SST = \sum \sum (y_{ij} - \bar{y})^2 = SS0 + SS1 + SSe$$

trong đó:

$$SS0 = 3 \sum_i (\bar{y}_{i(2)})^2 - 3p(\bar{y})^2$$

$$SS1 = \frac{2}{3} \sum_i w_{i(2)}^2$$

$$SSe = \frac{1}{2} \sum_i w_{i(1)}^2$$

Với $p - 1$, p và p lần lượt là bậc tự do của các tổng bình phương SSO, SS1, SSe, bảng ANOVA được cho trong bảng C.1.

Bảng C.1 - Bảng ANOVA cho thí nghiệm xếp chồng so le ba yếu tố

Nguồn	Tổng các bình phương	Bậc tự do	Bình phương trung bình	Bình phương trung bình kỳ vọng
0	SS0	$p - 1$	$SS0 / (p - 1)$	$\sigma_r^2 + \frac{5}{3}\sigma_{(1)}^2 + 3\sigma_{(0)}^2$
1	SS1	p	$SS1 / p$	$\sigma_r^2 + \frac{4}{3}\sigma_{(1)}^2$
Phần dư	SSe	p	SSe / p	σ_r^2
Tổng	SST	$3p - 1$		

Các ước lượng không chệch của $\sigma_{(0)}^2$, $\sigma_{(1)}^2$, $\sigma_{(2)}^2$ và σ_r^2 lần lượt là $s_{(0)}^2$, $s_{(1)}^2$, và s_r^2 , có thể nhận được từ các giá trị bình phương trung bình MS0, MS1 và MSe:

$$s_{(0)}^2 = \frac{1}{3} MS0 - \frac{5}{12} MS1 + \frac{1}{12} MSe$$

$$s_{(1)}^2 = \frac{3}{4} MS1 - \frac{3}{4} MSe$$

$$s_r^2 = MSe$$

Ước lượng của phương sai lặp lại, phương sai trung gian một yếu tố khác nhau của độ chụm và phương sai tái lập lần lượt được tính như sau:

$$s_r^2$$

$$s_{(1)}^2 = s^2 - s_{(2)}^2$$

$$s_{(0)}^2 = s^2 - s_{(1)}^2 - s_{(2)}^2$$

C.2 Thí nghiệm xếp chồng so le bốn yếu tố

Số liệu thí nghiệm thu được của phòng thí nghiệm i được biểu thị bằng y_{ij} ($j = 1, 2, 3, 4$), còn các giá trị trung bình và độ rộng của chúng là:

$$\bar{y}_{i(1)} = \frac{1}{2} (y_{i1} + y_{i2})$$

$$w_{i(1)} = |y_{i1} - y_{i2}|$$

$$\bar{y}_{i(2)} = \frac{1}{3} (y_{i1} + y_{i2} + y_{i3})$$

$$w_{i(2)} = |\bar{y}_{i(1)} - y_{i3}|$$

$$\bar{y}_{i(2)} = \frac{1}{4} (y_{i1} + y_{i2} + y_{i3} + y_{i4}) \quad w_{i(2)} = |\bar{y}_{i(2)} - y_{i4}|$$

$$\bar{y} = \frac{1}{p} \sum_i \bar{y}_{i(2)}$$

trong đó p là số phòng thí nghiệm tham gia thí nghiệm liên phòng.

Bảng ANOVA được cho trong bảng C.2.

Bảng C.2 - Bảng ANOVA cho thí nghiệm xếp chồng so le bốn yếu tố

Nguồn	Tổng các bình phương	Bậc tự do	Bình phương trung bình	Bình phương trung bình kỳ vọng
0	$4 \sum (\bar{y}_{i(2)})^2 - 4p(\bar{y})^2$	$p - 1$	$SS_0 / (p - 1)$	$\sigma_r^2 + \frac{3}{2}\sigma_{(2)}^2 + \frac{5}{2}\sigma_{(1)}^2 + 4\sigma_{(0)}^2$
1	$\frac{3}{4} \sum_i w_{i(3)}^2$	p	SS_1 / p	$\sigma_r^2 + \frac{7}{6}\sigma_{(2)}^2 + \frac{3}{2}\sigma_{(1)}^2$
2	$\frac{2}{3} \sum_i w_{i(2)}^2$	p	SS_2 / p	$\sigma_r^2 + \frac{4}{3}\sigma_{(2)}^2$
Phần dư	$\frac{1}{2} \sum_i w_{i(1)}^2$	p	SS_e / p	σ_r^2
Tổng	$\sum_i \sum_j (y_{ij} - \bar{y})^2$	$4p - 1$		

C.3 Thí nghiệm xếp chồng so le năm yếu tố

Số liệu thí nghiệm thu được của phòng thí nghiệm i được biểu thị bằng y_{ij} ($j = 1, 2, 3, 4, 5$), còn các giá trị trung bình và độ rộng của chúng là:

$$\bar{y}_{i(1)} = \frac{1}{2} (y_{i1} + y_{i2}) \quad w_{i(1)} = |y_{i1} - y_{i2}|$$

$$\bar{y}_{i(2)} = \frac{1}{3} (y_{i1} + y_{i2} + y_{i3}) \quad w_{i(2)} = |\bar{y}_{i(1)} - y_{i3}|$$

$$\bar{y}_{i(3)} = \frac{1}{4} (y_{i1} + y_{i2} + y_{i3} + y_{i4}) \quad w_{i(3)} = |\bar{y}_{i(2)} - y_{i4}|$$

$$\bar{y}_{i(4)} = \frac{1}{5} (y_{i1} + y_{i2} + y_{i3} + y_{i4} + y_{i5}) \quad w_{i(4)} = |\bar{y}_{i(3)} - y_{i5}|$$

$$\bar{y} = \frac{1}{p} \sum_i \bar{y}_{i(4)}$$

trong đó p là số phòng thí nghiệm tham gia thí nghiệm liên phòng.

Bảng ANOVA được cho trong bảng C.3.

Bảng C.3 - Bảng ANOVA cho thí nghiệm xếp chồng so le năm yếu tố

Nguồn	Tổng các bình phương	Bậc tự do	Bình phương trung bình	Bình phương trung bình kỳ vọng
0	$5 \sum_i (\bar{y}_{i(4)})^2 - 5p(\bar{y})^2$	$p - 1$	$SS0 / (p - 1)$	$\sigma_r^2 + \frac{7}{5}\sigma_{(3)}^2 + \frac{11}{5}\sigma_{(2)}^2 + \frac{17}{5}\sigma_{(1)}^2 + 5\sigma_{(0)}^2$
1	$\frac{4}{5} \sum_i w_{i(4)}^2$	p	$SS1 / p$	$\sigma_r^2 + \frac{11}{10}\sigma_{(3)}^2 + \frac{13}{10}\sigma_{(2)}^2 + \frac{8}{5}\sigma_{(1)}^2$
2	$\frac{3}{4} \sum_i w_{i(3)}^2$	p	$SS2 / p$	$\sigma_r^2 + \frac{7}{6}\sigma_{(3)}^2 + \frac{3}{2}\sigma_{(2)}^2$
3	$\frac{2}{3} \sum_i w_{i(2)}^2$	p	$SS3 / p$	$\sigma_r^2 + \frac{4}{3}\sigma_{(3)}^2$
Phần dư	$\frac{1}{2} \sum_i w_{i(1)}^2$	p	SSE / p	σ_r^2
Tổng	$\sum_i \sum_j (y_{ij} - \bar{y})^2$	$5p - 1$		

C.4 Thí nghiệm xếp chồng so le sáu yếu tố

Số liệu thí nghiệm thu được của phòng thí nghiệm i được biểu thị bằng y_{ij} ($j = 1, 2, 3, 4, 5, 6$), còn các giá trị trung bình và độ rộng của chúng là:

$$\begin{aligned} \bar{y}_{i(1)} &= \frac{1}{2} (y_{i1} + y_{i2}) & w_{i(1)} &= |y_{i1} - y_{i2}| \\ \bar{y}_{i(2)} &= \frac{1}{3} (y_{i1} + y_{i2} + y_{i3}) & w_{i(2)} &= |\bar{y}_{i(1)} - y_{i3}| \\ \bar{y}_{i(3)} &= \frac{1}{4} (y_{i1} + y_{i2} + y_{i3} + y_{i4}) & w_{i(3)} &= |\bar{y}_{i(2)} - y_{i4}| \\ \bar{y}_{i(4)} &= \frac{1}{5} (y_{i1} + y_{i2} + y_{i3} + y_{i4} + y_{i5}) & w_{i(4)} &= |\bar{y}_{i(3)} - y_{i5}| \\ \bar{y}_{i(5)} &= \frac{1}{6} (y_{i1} + y_{i2} + y_{i3} + y_{i4} + y_{i5} + y_{i6}) & w_{i(5)} &= |\bar{y}_{i(4)} - y_{i6}| \\ \bar{y} &= \frac{1}{p} \sum_i \bar{y}_{i(4)} \end{aligned}$$

trong đó p là số phòng thí nghiệm tham gia thí nghiệm liên phòng.

Bảng ANOVA được cho trong bảng C.4.

Bảng C.4 - Bảng ANOVA cho thí nghiệm xếp chồng so le sáu yếu tố

Nguồn	Bậc tự do	Tổng các bình phương	Bình phương trung bình	Bình phương trung bình kỳ vọng
0	$6\sum (\bar{y}_{i(5)})^2 - 6p(\bar{y})^2$	$p - 1$	$SS0 / (p - 1)$	$\sigma_r^2 + \frac{4}{3}\sigma_{(4)}^2 + 2\sigma_{(3)}^2 + 3\sigma_{(2)}^2 + \frac{13}{3}\sigma_{(1)}^2 + 6\sigma_{(0)}^2$
1	$\frac{5}{6}\sum w_{i(5)}^2$	p	$SS1 / p$	$\sigma_r^2 + \frac{16}{15}\sigma_{(4)}^2 + \frac{6}{5}\sigma_{(3)}^2 + \frac{7}{5}\sigma_{(2)}^2 + \frac{5}{3}\sigma_{(1)}^2$
2	$\frac{4}{5}\sum w_{i(4)}^2$	p	$SS2 / p$	$\sigma_r^2 + \frac{11}{10}\sigma_{(4)}^2 + \frac{13}{10}\sigma_{(3)}^2 + \frac{8}{5}\sigma_{(2)}^2$
3	$\frac{3}{4}\sum w_{i(3)}^2$	p	$SS3 / p$	$\sigma_r^2 + \frac{7}{6}\sigma_{(4)}^2 + \frac{3}{2}\sigma_{(3)}^2$
4	$\frac{2}{3}\sum w_{i(2)}^2$	p	$SS4 / p$	$\sigma_r^2 + \frac{4}{3}\sigma_{(4)}^2$
Phần dư	$\frac{1}{2}\sum w_{i(1)}^2$	p	SSe / p	σ_r^2
Tổng	$\sum \sum (y_{ij} - \bar{y})^2$	$6p - 1$		

Phụ lục D

(tham khảo)

Những ví dụ về phân tích thống kê của thí nghiệm độ chụm trung gian

D.1 Ví dụ 1 - Về độ lệch chuẩn trung gian [thời gian + người thao tác] khác nhau của độ chụm, $S_{i(TO)}$, trong một phòng thí nghiệm cụ thể tại một mức cụ thể của một phép thử.

D1.1 Cơ sở

- a) Phương pháp đo: xác định lượng carbon trong thép bằng quang phổ bức xạ trong chân không với kết quả thử nghiệm được biểu thị dưới dạng % khối lượng.
- b) Nguồn: báo cáo hàng ngày của phân xưởng thép (tháng 11, 1984)
- c) Thiết kế thí nghiệm: tại một phòng thí nghiệm cụ thể, lấy một cách ngẫu nhiên một mẫu vật liệu đem phân tích, cũng mẫu ấy hôm sau lại phân tích nhưng được thực hiện bởi phân tích viên khác. Trong vòng 1 tháng, đã thu được 29 cặp số liệu (xem bảng D.1)

Bảng D.1 - Số liệu gốc - Hàm lượng carbon, % (m/m)

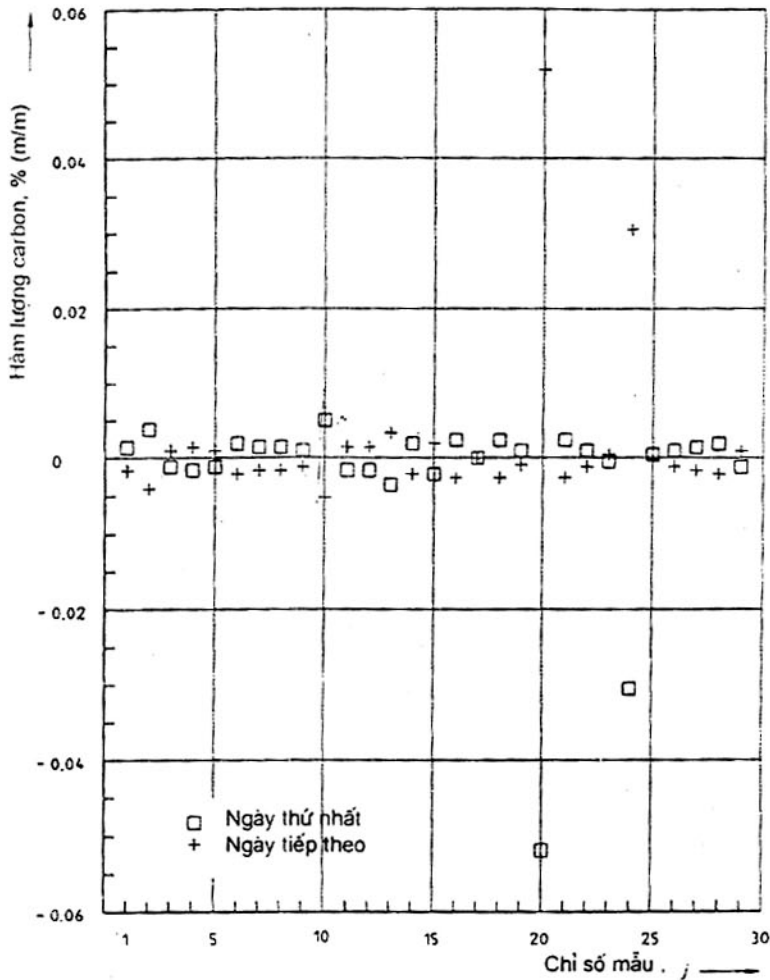
Chỉ số mẫu	Ngày đầu tiên	Ngày tiếp theo	Độ rộng	Chỉ số mẫu	Ngày đầu tiên	Ngày tiếp theo	Độ rộng
j	$y_{j,1}$	$y_{j,2}$	w_j	j	$y_{j,1}$	$y_{j,2}$	w_j
1	0.130	0,127	0,003	16	0.149	0,144	0,005
2	0.140	0,132	0,008	17	0,044	0,044	0,000
3	0.078	0,080	0,002	18	0.127	0,122	0,005
4	0.110	0,113	0,003	19	0.050	0,048	0,002
5	0.126	0,128	0,002	20	0.042	0,146	0,104
6	0.036	0,032	0,004	21	0.150	0,145	0,005
7	0.050	0,047	0,003	22	0.135	0,133	0,002
8	0.143	0,140	0,003	23	0.044	0,045	0,001
9	0.091	0,089	0,002	24	0.100	0,161	0,061
10	0.040	0,030	0,010	25	0.132	0,131	0,001
11	0.110	0,113	0,003	26	0.047	0,045	0,002
12	0.142	0,145	0,003	27	0.168	0,165	0,003
13	0.143	0,150	0,007	28	0.092	0,088	0,004
14	0.169	0,165	0,004	29	0.041	0,043	0,002
15	0.169	0,173	0,004				

D.1.2 Phân tích

Số liệu y_{jk} , \bar{y}_j và $w_j = |y_{jk} - \bar{y}_j|$ được cho trong bảng D.1. Phân tích theo quy trình cho trong 8.2.

Đồ thị các số liệu [độ lệch khỏi giá trị trung bình của các phép đo trong 2 ngày ($y_{jk} - \bar{y}_j$) theo số lượng mẫu đối với số thứ tự mẫu j] được cho trong hình D.1. Đồ thị này cùng với việc áp dụng phép kiểm nghiệm Cochran cho ta thấy phạm vi của các mẫu thử số 20 và 24 là những giá trị bất thường. Có sự khác nhau nhiều giữa các phép đo hàng ngày trên những mẫu này chủ yếu do sai số trong việc ghi số liệu. Các giá trị của hai mẫu 20, 24 được loại bỏ khi tính độ lệch chuẩn trung gian [thời gian + người thao tác khác nhau của độ chụm], $s_{(TO)}$. Độ lệch chuẩn này được tính bởi công thức (12) sau:

$$s_{(TO)} = \sqrt{\frac{1}{3 \cdot 27} \sum_{j=1}^{27} w_j^2} = 2,87 \times 10^{-3}$$



Hình D.1 - Hàm lượng carbon trong thép - Độ lệch khỏi giá trị trung bình của các phép đo trong hai ngày theo số lượng mẫu thử

D.2 Ví dụ 2 - Về độ lệch chuẩn trung gian với thời gian khác nhau của độ chụm trong thí nghiệm liên phòng

D.2.1 Cơ sở:

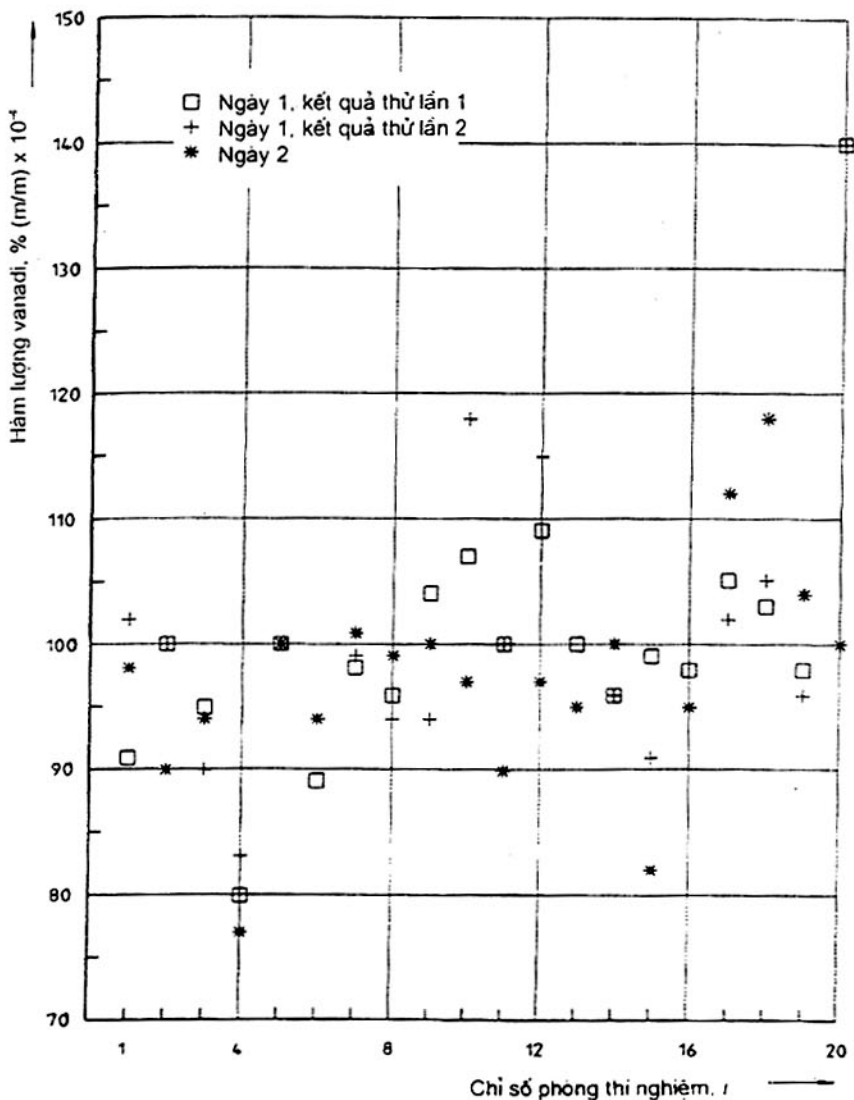
- Phương pháp đo: xác định lượng vanadi trong thép bằng phương pháp quang phổ hấp thụ được miêu tả trong tài liệu hướng dẫn thí nghiệm. Kết quả thí nghiệm được biểu thị dưới dạng % khối lượng.
- Nguồn: ISO/TC 17. Steel/SC 1, Phương pháp xác định thành phần hoá học. Thí nghiệm được thực hiện tháng 5/1985.

TCVN 6910-3: 2001

c) **Thiết kế thí nghiệm:** thí nghiệm xếp chồng so le 3 yếu tố được thực hiện ở 20 phòng thí nghiệm. mỗi phòng thí nghiệm báo cáo 2 kết quả thử nghiệm nhận được trong điều kiện lặp lại ở ngày thứ nhất và tiếp theo ở ngày thứ hai tại từng mức trong 6 mức thử đưa vào trong thí nghiệm. Tất cả các phép đo ở mọi phòng thí nghiệm đều được thực hiện bởi một người thao tác và với thiết bị đo như nhau.

D.2.2 Phân tích

Số liệu tại tất cả 6 mức thử được cho trong bảng D.2.



Hình D.2 - Hàm lượng vanadi trong thép. Đồ thị kết quả thử nghiệm của ngày 1 và ngày 2 tại mức thử 1 theo số thứ tự phòng thí nghiệm

Chỉ số phòng thi nghiệm	Mức 1 (0,01 %)			Mức 2 (0,04 %)			Mức 3 (0,1 %)			Mức 4 (0,2 %)			Mức 5 (0,5 %)			Mức 6 (0,75 %)		
	ngày 1		ngày 2	ngày 1		ngày 2	ngày 1		ngày 2	ngày 1		ngày 2	ngày 1		ngày 2	ngày 1		ngày 2
	V_{11}	V_{12}	V_{13}	V_{21}	V_{22}	V_{23}	V_{31}	V_{32}	V_{33}	V_{41}	V_{42}	V_{43}	V_{51}	V_{52}	V_{53}	V_{61}	V_{62}	V_{63}
1	0,009 1	0,010 2	0,009 8	0,038 2	0,038 8	0,038 5	0,101	0,103	0,102	0,214	0,211	0,210	0,514	0,510	0,513	0,755	0,753	0,751
2	0,010 0	0,010 0	0,009 0	0,041 0	0,041 0	0,039 0	0,111	0,111	0,108	0,220	0,220	0,215	0,520	0,540	0,540	0,800	0,755	0,750
3	0,009 5	0,009 0	0,009 4	0,039 0	0,038 0	0,037 0	0,108	0,110	0,107	0,213	0,215	0,215	0,500	0,514	0,504	0,738	0,730	0,724
4	0,008 0	0,008 3	0,007 7	0,037 4	0,036 1	0,038 2	0,109	0,106	0,104	0,214	0,222	0,201	0,519	0,518	0,518	0,744	0,742	0,732
5	0,010 0	0,010 0	0,010 0	0,035 0	0,037 0	0,037 0	0,103	0,103	0,110	0,210	0,210	0,205	0,495	0,500	0,512	0,743	0,753	0,750
6	0,008 9	0,009 4	0,009 4	0,036 8	0,036 8	0,037 7	0,106	0,106	0,108	0,232	0,240	0,221	0,526	0,532	0,513	0,733	0,740	0,746
7	0,009 8	0,009 9	0,010 1	0,037 6	0,038 0	0,038 4	0,107	0,105	0,108	0,215	0,215	0,216	0,521	0,519	0,526	0,754	0,756	0,756
8	0,009 6	0,009 4	0,009 9	0,037 9	0,036 6	0,037 9	0,108	0,107	0,108	0,193	0,195	0,210	0,507	0,493	0,511	0,732	0,729	0,732
9	0,010 4	0,009 4	0,010 0	0,036 5	0,037 0	0,036 7	0,104	0,106	0,105	0,211	0,205	0,213	0,509	0,515	0,515	0,734	0,738	0,747
10	0,010 7	0,011 8	0,009 7	0,037 0	0,037 5	0,038 0	0,105	0,110	0,105	0,210	0,220	0,225	0,520	0,520	0,525	0,760	0,760	0,765
11	0,010 0	0,010 0	0,009 0	0,038 0	0,038 0	0,037 5	0,102	0,102	0,102	0,213	0,211	0,214	0,513	0,516	0,514	0,746	0,748	0,746
12	0,010 9	0,011 5	0,009 7	0,039 0	0,039 0	0,039 0	0,101	0,108	0,105	0,208	0,215	0,210	0,509	0,528	0,510	0,758	0,748	0,750
13	0,010 0	0,009 5	0,009 5	0,037 5	0,037 5	0,037 5	0,103	0,104	0,108	0,212	0,222	0,215	0,510	0,520	0,505	0,735	0,755	0,750
14	0,009 6	0,009 6	0,010 0	0,037 4	0,037 4	0,038 9	0,104	0,106	0,110	0,218	0,218	0,212	0,520	0,528	0,522	0,740	0,735	0,742
15	0,009 9	0,009 1	0,008 2	0,038 1	0,037 5	0,039 2	0,109	0,106	0,107	0,214	0,210	0,211	0,510	0,510	0,515	0,749	0,729	0,744
16	0,009 8	0,010 0	0,009 5	0,037 3	0,037 7	0,039 7	0,105	0,105	0,104	0,215	0,212	0,218	0,519	0,517	0,531	0,754	0,751	0,759
17	0,010 5	0,010 2	0,011 2	0,038 9	0,038 2	0,037 3	0,107	0,108	0,104	0,214	0,210	0,209	0,517	0,515	0,514	0,735	0,728	0,741
18	0,010 3	0,010 5	0,011 8	0,038 2	0,038 0	0,037 4	0,103	0,104	0,103	0,224	0,218	0,217	0,515	0,514	0,517	0,788	0,798	0,787
19	0,009 8	0,009 6	0,010 4	0,038 3	0,037 5	0,036 6	0,110	0,109	0,104	0,217	0,215	0,215	0,530	0,525	0,520	0,755	0,745	0,740
20	0,014 0	0,014 0	0,010 0	0,037 0	0,040 8	0,036 9	0,104	0,106	0,107	0,214	0,214	0,203	0,518	0,518	0,481	0,730	0,737	0,658

Bảng D.2 - Số liệu gốc - Hàm lượng vanadi, % (m/m)

TCVN 6910-3: 2001

Việc phân tích phương sai chỉ trình bày cho một mức thử là mức 1. Đồ thị số liệu (sự phụ thuộc các kết quả thử của ngày 1 và ngày 2 vào số thứ tự phòng thí nghiệm) được trình bày trên hình D.2. Đồ thị này chỉ ra rằng phòng thí nghiệm số 20 là một phòng thí nghiệm bất thường. Có sự khác nhau nhiều giữa kết quả thử nghiệm của ngày 2 và giá trị trung bình của ngày 1, sự sai lệch này là quá lớn so với kết quả thử nghiệm của các phòng thí nghiệm khác. Phòng thí nghiệm này đã được loại bỏ khi tính toán các thước đo độ chụm.

Các đại lượng $w_{i(1)}$, $w_{i(2)}$ và $y_{i(2)}$ được tính toán theo C.1 của phụ lục C và kết quả được cho trong bảng D.3.

Bảng D3 - Giá trị của $w_{i(1)}$, $w_{i(2)}$ và $\bar{y}_{i(2)}$

Chỉ số phòng thí nghiệm i	$w_{i(1)}$	$w_{i(2)}$	$\bar{y}_{i(2)}$
1	0,001 1	0,000 15	0,009 700
2	0,000 0	0,001,00	0,009 667
3	0,000 5	0,000 15	0,009 300
4	0,000 3	0,000 45	0,008 000
5	0,000 0	0,000 00	0,010 000
6	0,000 5	0,000 25	0,009 233
7	0,000 1	0,000 25	0,009 933
8	0,000 2	0,000 40	0,009 633
9	0,001 0	0,000 10	0,009 933
10	0,001 1	0,001 55	0,010 733
11	0,000 0	0,001 00	0,009 667
12	0,000 6	0,001 50	0,010 700
13	0,000 5	0,000 25	0,009 667
14	0,000 0	0,000 40	0,009 733
15	0,000 8	0,001 30	0,009 067
16	0,000 2	0,000 40	0,009 767
17	0,000 3	0,000 85	0,010 633
18	0,000 2	0,001 40	0,010 867
19	0,000 2	0,000 70	0,009 933

Tổng các bình phương của $w_{i(1)}$, $w_{i(2)}$ và $\bar{y}_{i(2)}$ và giá trị trung bình $\bar{w}_{(1)}$, $\bar{w}_{(2)}$, \bar{y} được tính như sau:

$$\sum w_{i(1)}^2 = 5,52 \times 10^{-6}$$

$$\sum w_{i(2)}^2 = 12,44 \times 10^{-6}$$

$$\sum (\bar{y}_{i(2)})^2 = 1 832,16 \times 10^{-6}$$

$$\bar{y} = \frac{1}{19} \sum \bar{y}_{i(2)} = 0.009\ 798\ 25$$

Từ các giá trị đó thu được các tổng của bình phương SS0, SS1 và SSe và bảng ANOVA được cho trong bảng D.4.

Bảng D.4 - Bảng ANOVA - Hàm lượng vanadi

Nguồn	Tổng bình phương	Bậc tự do	Bình phương trung bình	Bình phương trung bình kỳ vọng
0 (phòng thí nghiệm)	$24,16 \times 10^{-6}$	18	$1,342 \times 10^{-6}$	$\sigma_r^2 + \frac{5}{3}\sigma_{i(1)}^2 + 3\sigma_{i(0)}^2$
1 (ngày)	$8,29 \times 10^{-6}$	19	$0,436 \times 10^{-6}$	$\sigma_r^2 + \frac{4}{3}\sigma_{i(1)}^2$
Phần còn lại	$2,76 \times 10^{-6}$	19	$0,145 \times 10^{-6}$	σ_r^2
Tổng	$35,21 \times 10^{-6}$	56		

Ước lượng không chệch của phương sai giữa các phòng thí nghiệm, $s_{i(0)}^2$, giữa các ngày trong một phòng thí nghiệm $s_{i(1)}^2$ và phương sai lặp lại được ước lượng s_r^2 , thu được là:

$$s_{i(0)}^2 = 0,278 \times 10^{-6}$$

$$s_{i(1)}^2 = 0,218 \times 10^{-6}$$

$$s_r^2 = 0,145 \times 10^{-6}$$

Độ lệch chuẩn tái lập s_R , độ lệch chuẩn trung gian thời gian khác nhau của độ chụm $s_{i(1)}$ và độ lệch chuẩn lặp lại s_r thu được như sau:

$$s_R = \sqrt{s_r^2 + s_{i(1)}^2 - s_{i(0)}^2} = 0,801 \times 10^{-3}$$

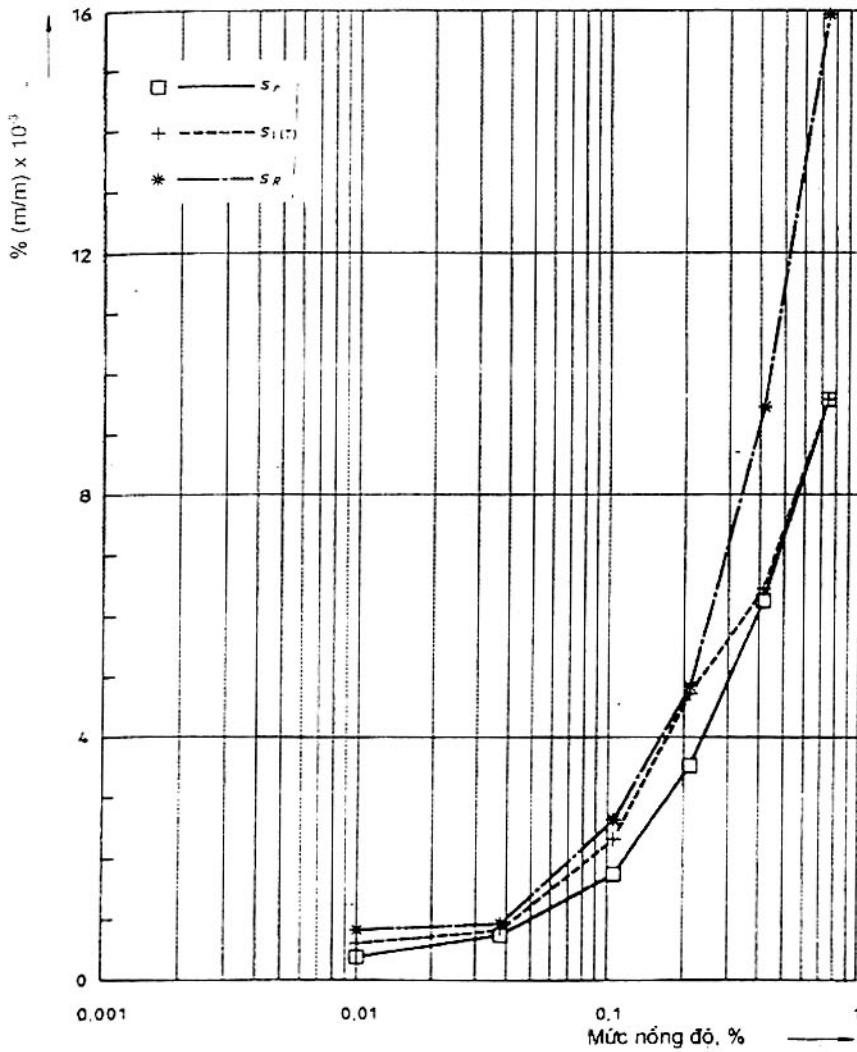
$$s_{i(T)} = \sqrt{s_r^2 - s_{i(1)}^2} = 0,603 \times 10^{-3}$$

$$s_r = \sqrt{s_r^2} = 0,381 \times 10^{-3}$$

Giá trị của các độ lệch chuẩn này tại 6 mức thử về hàm lượng vanadium được tóm tắt trong bảng 5 và trình bày trên hình D.3.

Bảng D.5 - Giá trị của s_r , $s_{R(T)}$ và s_R đối với sáu mức của hàm lượng vanadi trong thép

Mức	Chỉ số phóng thi nghiệm bất thường	Trung bình (%)	s_r (%)	$s_{R(T)}$ (%)	s_R (%)
1	20	0,009 8	$0,381 \times 10^{-3}$	$0,603 \times 10^{-3}$	$0,801 \times 10^{-3}$
2	2	0,037 8	$0,820 \times 10^{-3}$	$0,902 \times 10^{-3}$	$0,954 \times 10^{-3}$
3	--	0,105 9	$1,739 \times 10^{-3}$	$2,305 \times 10^{-3}$	$2,650 \times 10^{-3}$
4	6 và 8	0,213 8	$3,524 \times 10^{-3}$	$4,710 \times 10^{-3}$	$4,826 \times 10^{-3}$
5	20	0,516 4	$6,237 \times 10^{-3}$	$6,436 \times 10^{-3}$	$9,412 \times 10^{-3}$
6	20	0,748 4	$9,545 \times 10^{-3}$	$9,545 \times 10^{-3}$	$15,962 \times 10^{-3}$



Hình D.3 - Hàm lượng vanadi trong thép - Độ lệch chuẩn lặp lại s_r , độ lệch chuẩn trung gian thời gian khác nhau của độ chụm $s_{R(T)}$ và độ lệch chuẩn tái lập s_R là hàm của mức nồng độ

Phụ lục E

(tham khảo)

Tài liệu tham khảo

- [1] ISO 3534-2:1993, Statistic – Vocabulary and symbols – Part 2: Statistical quality control
 - [2] ISO 3534-3:1993, Statistic – Vocabulary and symbols – Part 3: Design of experiments
 - [3] TCVN 6910-4, Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 4: Phương pháp cơ bản xác định độ đúng của phương pháp đo tiêu chuẩn
 - [4] TCVN 6910--5, Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 5: Các phương pháp khác để xác định độ chụm của phương pháp đo tiêu chuẩn
 - [5] TCVN 6910--6, Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 6: Sử dụng các giá trị độ chính xác trong thực tế
 - [6] Winer, B.J. Statistical principles in experimental design, - McGraw - Hill 1962
 - [7] Snedecor, G.W và Cochran, W.G, Statistical methods, Iowa University Press, 1967.
-