

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 10861:2015
ISO 21748:2010**

**HƯỚNG DẪN SỬ DỤNG ƯỚC LƯỢNG ĐỘ LẶP LẠI,
ĐỘ TÁI LẬP VÀ ĐỘ ĐÚNG TRONG ƯỚC LƯỢNG
ĐỘ KHÔNG ĐẢM BẢO ĐO**

*Guidance for the use of repeatability,
reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation*

HÀ NỘI - 2015

Mục lục

	Trang
Lời nói đầu.....	5
Lời giới thiệu.....	6
1 Phạm vi áp dụng.....	9
2 Tài liệu viện dẫn.....	10
3 Thuật ngữ và định nghĩa.....	10
4 Ký hiệu.....	14
5 Nguyên tắc.....	17
5.1 Các kết quả riêng lẻ và hiệu năng quá trình đo.....	17
5.2 Khả năng áp dụng dữ liệu độ tái lập.....	17
5.3 Phương trình cơ bản dùng cho mô hình thống kê.....	17
5.4 Dữ liệu độ lặp lại.....	19
6 Đánh giá độ không đảm bảo bằng cách sử dụng ước lượng độ lặp lại, độ tái lập và độ đúng.....	19
6.1 Quy trình đánh giá độ không đảm bảo đo.....	19
6.2 Chênh lệch giữa độ chụm kỳ vọng và độ chụm thực tế.....	19
7 Xác minh sự thích hợp của dữ liệu hiệu năng phương pháp với kết quả đo từ một quá trình đo cụ thể.....	19
7.1 Quy định chung.....	20
7.2 Chứng minh việc kiểm soát thành phần độ chệch phòng thí nghiệm.....	20
7.3 Kiểm tra xác nhận độ lặp lại.....	23
7.4 Kiểm tra xác nhận liên tục hiệu năng.....	24
8 Thiết lập sự phù hợp cho cá thể thử.....	24
8.1 Quy định chung.....	24
8.2 Lấy mẫu.....	24
8.3 Chuẩn bị mẫu và xử lý sơ bộ.....	25
8.4 Thay đổi về loại cá thể thử.....	25
8.5 Biến thiên độ không đảm bảo theo mức của đáp ứng.....	25
9 Các yếu tố bổ sung.....	26
10 Biểu thức tổng quát cho độ không đảm bảo chuẩn tổng hợp.....	26
11 Bảng thành phần độ không đảm bảo dựa trên dữ liệu nghiên cứu phối hợp.....	27
12 Đánh giá độ không đảm bảo đối với kết quả tổng hợp.....	29
13 Trình bày thông tin về độ không đảm bảo.....	29

TCVN 10861:2015

13.1	Trình bày chung	29
13.2	Chọn hệ số phủ	30
14	So sánh thể hiện hiệu năng phương pháp và dữ liệu độ không đảm bảo	31
14.1	Giả định cơ bản của việc so sánh	31
14.2	Quy trình so sánh	31
14.3	Lý do khác biệt	31
Phụ lục A (tham khảo)	Các cách tiếp cận ước lượng độ không đảm bảo	33
Phụ lục B (tham khảo)	Đánh giá độ không đảm bảo thực nghiệm	39
Phụ lục C (tham khảo)	Ví dụ tính toán độ không đảm bảo	41
Thư mục tài liệu tham khảo		54

Lời nói đầu

TCVN 10861:2015 hoàn toàn tương đương với ISO 21748:2010 có thay đổi về bố cục, cụ thể là bổ sung thêm Điều 2 *Tài liệu viện dẫn* và các điều tiếp theo được đánh số lại tương ứng;

TCVN 10861:2015 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 69 *Ứng dụng các phương pháp thống kê* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Lời giới thiệu

Hiểu biết về độ không đảm bảo gắn với kết quả đo là điều thiết yếu đối với việc giải thích các kết quả. Nếu không có các đánh giá định lượng về độ không đảm bảo thì không thể quyết định được các khác biệt quan sát được giữa các kết quả có phản ánh nhiều hơn độ biến động thực nghiệm hay không, cá thể thử có phù hợp với quy định kỹ thuật hay không hoặc, luật định dựa trên các giới hạn có bị vi phạm hay không. Nếu không có thông tin về độ không đảm bảo sẽ có rủi ro giải thích sai các kết quả. Quyết định không đúng được đưa ra dựa trên cơ sở như vậy có thể dẫn đến những chi phí không cần thiết cho ngành công nghiệp, truy tố sai luật pháp, hoặc hậu quả xấu cho sức khỏe hoặc xã hội.

Các phòng thí nghiệm hoạt động theo hệ thống công nhận TCVN ISO/IEC 17025 và các hệ thống liên quan đều được yêu cầu đánh giá độ không đảm bảo đo đối với các kết quả đo và kết quả thử cũng như báo cáo về độ không đảm bảo khi có liên quan. TCVN 9595-3:2013 (ISO/IEC Guide 98-3:2008) *Hướng dẫn trình bày độ không đảm bảo đo (GUM)* là một cách tiếp cận tiêu chuẩn được chấp nhận rộng rãi. Tuy nhiên, tiêu chuẩn đó áp dụng cho những tình huống đã có sẵn mô hình quá trình đo. Ngoài ra, có một phạm vi rất rộng các phương pháp thử tiêu chuẩn thuộc phạm vi nghiên cứu phối hợp theo TCVN 6910-2:2001 (ISO 5725-2:1994). Tiêu chuẩn này cung cấp phương pháp luận thích hợp và kinh tế đối với việc ước lượng độ không đảm bảo gắn với kết quả của các phương pháp này, nó hoàn toàn phù hợp với các nguyên tắc liên quan của GUM, đồng thời vẫn tính đến dữ liệu về hiệu năng của phương pháp thu được nhờ nghiên cứu phối hợp.

Cách tiếp cận chung sử dụng trong tiêu chuẩn này đòi hỏi

- ước lượng độ lặp lại, độ tái lập và độ đúng của phương pháp sử dụng, thu được bằng nghiên cứu phối hợp như mô tả trong TCVN 6910-2:2001 (ISO 5725-2:1994), là sẵn có từ thông tin được công bố về phương pháp thử sử dụng. Điều này cung cấp ước lượng của thành phần phương sai trong và liên phòng thí nghiệm, cùng với ước lượng của độ không đảm bảo gắn với độ đúng của phương pháp;
- phòng thí nghiệm khẳng định rằng việc thực hiện phương pháp thử của mình nhất quán với hiệu năng được thiết lập của phương pháp thử bằng cách kiểm tra độ chệch và độ chụm của phòng thí nghiệm. Điều này khẳng định rằng, dữ liệu công bố có thể áp dụng cho các kết quả thu được bởi phòng thí nghiệm đó;
- mọi ảnh hưởng đến kết quả đo chưa được bao trùm đầy đủ bởi nghiên cứu phối hợp đều được nhận biết và phương sai gắn với kết quả có thể phát sinh từ những ảnh hưởng này đều được định lượng.

Ước lượng độ không đảm bảo được đưa ra bằng cách kết hợp các ước lượng phương sai liên quan theo cách thức mô tả trong GUM.

Nguyên tắc chung của việc sử dụng dữ liệu độ tái lập trong đánh giá độ không đảm bảo đôi khi còn được gọi là cách tiếp cận "từ trên xuống".

Sự phân tán của các kết quả thu được trong nghiên cứu phối hợp cũng thường rất hữu ích để so sánh với ước lượng độ không đảm bảo đo thu được bằng cách sử dụng quy trình trong GUM như một phép thử sự hiểu biết đầy đủ về phương pháp. Những so sánh như vậy sẽ hiệu quả hơn nếu dựa trên một phương pháp luận nhất quán để ước lượng cùng một tham số bằng cách sử dụng dữ liệu nghiên cứu phối hợp.

Hướng dẫn sử dụng ước lượng độ lặp lại, độ tái lập và độ đúng trong ước lượng độ không đảm bảo đo

Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này đưa ra hướng dẫn về

- đánh giá độ không đảm bảo đo sử dụng dữ liệu thu được từ các nghiên cứu được tiến hành theo TCVN 6910-2:2001 (ISO 5725-2:1994);
- so sánh các kết quả nghiên cứu phối hợp với độ không đảm bảo đo (MU) thu được nhờ sử dụng các nguyên tắc chính thức về lan truyền độ không đảm bảo (xem Điều 13).

TCVN 6910-3:2001 (ISO 5725-3:1994) đưa ra các mô hình bổ sung cho nghiên cứu về độ chụm trung gian. Tuy nhiên, trong khi có thể áp dụng cùng một cách tiếp cận chung cho việc sử dụng các mô hình mở rộng này thì việc đánh giá độ không đảm bảo bằng cách sử dụng các mô hình này không được đề cập trong tiêu chuẩn hiện hành.

Tiêu chuẩn này áp dụng cho tất cả các lĩnh vực đo lường và thử nghiệm trong đó độ không đảm bảo gắn với kết quả cần được xác định.

Tiêu chuẩn này không mô tả việc áp dụng dữ liệu độ lặp lại khi không có dữ liệu độ tái lập.

Tiêu chuẩn này giả định thừa nhận các ảnh hưởng hệ thống đáng kể được hiệu chỉnh, bằng cách áp dụng số hiệu chỉnh như là một phần của phương pháp đo, hoặc bằng cách nghiên cứu và loại trừ nguyên nhân gây ảnh hưởng.

Các khuyến nghị trong tiêu chuẩn này chủ yếu để hướng dẫn. Thực tế là, trong khi các khuyến nghị trình bày hình thức tiếp cận hợp lý để đánh giá độ không đảm bảo cho nhiều mục đích, nhưng cũng có thể chấp nhận các cách tiếp cận phù hợp khác.

TCVN 10861:2015

Nói chung, việc viện dẫn các kết quả đo, phương pháp đo và quá trình đo trong tiêu chuẩn này thường được hiểu là cũng áp dụng cho các kết quả thử, phương pháp thử và quá trình thử.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 8244-2:2010 (ISO 3534-2:2006), Thống kê học – Từ vựng và ký hiệu – Phần 2: Thống kê ứng dụng

TCVN 9595-3:2013 (ISO/IEC Guide 98-3:2008), Độ không đảm bảo đo – Hướng dẫn trình bày độ không đảm bảo đo (GUM:1995)

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Tiêu chuẩn này sử dụng các thuật ngữ và định nghĩa nêu trong TCVN 8244-2 (ISO 3534-2), TCVN 9595-3:2013 (ISO/IEC Guide 98-3:2008) và các thuật ngữ, định nghĩa dưới đây. Ngoài ra, có phần viện dẫn về "điều kiện độ chụm trung gian", được đề cập chi tiết trong TCVN 6910-3:2001 (ISO 5725-3:1994).

3.1

Độ chệch (bias)

Mức độ sai khác giữa kỳ vọng của kết quả thử hoặc kết quả đo và giá trị thực.

CHÚ THÍCH 1: Độ chệch là sai số hệ thống tổng khác với sai số ngẫu nhiên. Có thể có một hay nhiều thành phần sai số hệ thống đóng góp vào độ chệch. Sự sai khác hệ thống so với giá trị thực càng lớn thì độ chệch càng lớn.

CHÚ THÍCH 2: Độ chệch của phương tiện đo thường được ước lượng bằng cách lấy trung bình sai số của chỉ thị trong một số lượng thích hợp các phép đo lặp lại. Sai số của chỉ thị là: "chỉ thị của phương tiện đo trừ đi giá trị thực của đại lượng đầu vào tương ứng".

CHÚ THÍCH 3: Trong thực tế, giá trị thực được thay bằng giá trị quy chiếu được chấp nhận.

[TCVN 8244-2:2010 (ISO 3534-2:2006), định nghĩa 3.3.2]

3.2

Độ không đảm bảo chuẩn tổng hợp (combined standard uncertainty)

$u(y)$

Độ không đảm bảo chuẩn của kết quả đo khi kết quả đó nhận được từ các giá trị của một số đại lượng khác, bằng căn bậc hai dương của tổng các số hạng là phương sai hoặc hiệp phương sai của các đại lượng khác này được lấy trọng số tùy theo kết quả đo biến động thế nào theo sự thay đổi của các đại lượng này.

[TCVN 9595-3:2013 (ISO/IEC Guide 98-3:2008), định nghĩa 2.3.4]

3.3

Hệ số phủ (coverage factor)

k

Thừa số được dùng để nhân với độ không đảm bảo chuẩn tổng hợp để nhận được độ không đảm bảo mở rộng.

CHÚ THÍCH: Hệ số phủ, k , thường nằm trong khoảng từ 2 đến 3.

[TCVN 9595-3:2013 (ISO/IEC Guide 98-3:2008), định nghĩa 2.3.6]

3.4

Độ không đảm bảo mở rộng (expanded uncertainty)

U

Đại lượng xác định một khoảng xung quanh kết quả đo có thể kỳ vọng phủ phần lớn phân bố của các giá trị có thể quy cho đại lượng đo một cách hợp lý.

CHÚ THÍCH 1: Phần lớn phân bố này có thể xem là xác suất phủ hoặc mức tin cậy của khoảng.

CHÚ THÍCH 2: Để kết hợp mức tin cậy cụ thể với khoảng được xác định bằng độ không đảm bảo đo mở rộng cần có các giả thiết rõ ràng hoặc ẩn ý về phân bố xác suất đặc trưng bằng kết quả đo và độ không đảm bảo chuẩn tổng hợp của nó. Mức tin cậy có thể quy cho khoảng này chỉ có thể được biết trong phạm vi mà các giả thiết trên được chứng minh.

CHÚ THÍCH 3: Độ không đảm bảo mở rộng được gọi là *độ không đảm bảo toàn thể* ở đoạn 5 của Khuyến nghị INC-1 (1980).

[TCVN 9595-3:2013 (ISO/IEC Guide 98-3:2008), định nghĩa 2.3.5]

3.5

Độ chụm (precision)

Mức độ gần nhau giữa các kết quả thử/đo độc lập nhận được trong điều kiện quy định.

CHÚ THÍCH 1: Độ chụm chỉ phụ thuộc vào phân bố của sai số ngẫu nhiên chứ không liên quan đến giá trị thực hay giá trị quy định.

CHÚ THÍCH 2: Thước đo độ chụm thường được thể hiện bằng độ phân tán và được tính toán như độ lệch chuẩn của các kết quả thử hoặc kết quả đo. Độ chụm càng thấp thì độ lệch chuẩn càng lớn.

CHÚ THÍCH 3: Thước đo định lượng của độ chụm phụ thuộc chủ yếu vào các điều kiện quy định. Điều kiện lặp lại và điều kiện tái lập là những tập hợp cụ thể của các điều kiện quy định.

[TCVN 8244-2:2010 (ISO 3534-2:2006), định nghĩa 3.3.4]

3.6

Độ lặp lại (repeatability)

Độ chụm trong điều kiện lặp lại.

TCVN 10861:2015

CHÚ THÍCH: Độ lặp lại có thể được biểu thị một cách định lượng theo đặc trưng phân tán của các kết quả.

[TCVN 8244-2:2010 (ISO 3534-2:2006), định nghĩa 3.3.5]

3.7

Điều kiện lặp lại (repeatability conditions)

Điều kiện quan trắc tại đó các kết quả thử/đo độc lập nhận được với cùng một phương pháp trên các cá thể thử/đo giống nhau, trong cùng một phòng thử nghiệm hoặc đo, bởi cùng một người thao tác, sử dụng cùng một thiết bị, trong khoảng thời gian ngắn.

CHÚ THÍCH: Điều kiện lặp lại bao gồm:

- cùng một quy trình đo hoặc thử;
- cùng một người thao tác;
- cùng một thiết bị đo/thử sử dụng trong cùng điều kiện;
- cùng một địa điểm;
- lặp lại trong một khoảng thời gian ngắn.

[TCVN 8244-2:2010 (ISO 3534-2:2006), định nghĩa 3.3.6]

3.8

Độ lệch chuẩn lặp lại (repeatability standard deviation)

Độ lệch chuẩn của kết quả thử hoặc kết quả đo nhận được trong điều kiện lặp lại.

CHÚ THÍCH 1: Đây là thước đo sự phân tán của phân bố các kết quả thử hoặc đo trong điều kiện lặp lại.

CHÚ THÍCH 2: Tương tự, "phương sai lặp lại" và "hệ số biến động lặp lại" có thể được định nghĩa và sử dụng như là thước đo sự phân tán của các kết quả thử hoặc kết quả đo trong điều kiện lặp lại.

[TCVN 8244-2:2010 (ISO 3534-2:2006), định nghĩa 3.3.7]

3.9

Độ tái lập (reproducibility)

Độ chụm trong điều kiện tái lập.

CHÚ THÍCH 1: Độ tái lập có thể được biểu thị một cách định lượng theo đặc trưng phân tán của các kết quả.

CHÚ THÍCH 2: Kết quả thường được hiểu là các kết quả đã hiệu chỉnh.

[TCVN 8244-2:2010 (ISO 3534-2:2006), định nghĩa 3.3.10]

3.10

Điều kiện tái lập (reproducibility conditions)

Điều kiện quan trắc tại đó các kết quả thử/đo độc lập nhận được bởi cùng một phương pháp, trên các cá thể thử/đo giống hệt nhau trong các phòng thử nghiệm hoặc đo khác nhau, với những người thao tác khác nhau, sử dụng các thiết bị khác nhau.

[TCVN 8244-2:2010 (ISO 3534-2:2006), định nghĩa 3.3.11]

3.11**Độ lệch chuẩn tái lập** (reproducibility standard deviation)

Độ lệch chuẩn của kết quả thử hoặc kết quả đo nhận được trong điều kiện tái lập.

CHÚ THÍCH 1: Đây là thước đo sự phân tán của các kết quả thử hoặc kết quả đo trong điều kiện tái lập.

CHÚ THÍCH 2: Tương tự, "phương sai tái lập" và "hệ số biến động tái lập" có thể được định nghĩa và sử dụng như là thước đo sự phân tán của các kết quả thử hoặc kết quả đo trong điều kiện tái lập.

[TCVN 8244-2:2010 (ISO 3534-2:2006), định nghĩa 3.3.12]

3.12**Độ không đảm bảo chuẩn** (standard uncertainty)

$u(x_i)$

Độ không đảm bảo của kết quả đo được thể hiện như là độ lệch chuẩn.

[TCVN 9595-3:2013 (ISO/IEC Guide 98-3:2008), định nghĩa 2.3.1]

3.13**Độ đúng** (trueness)

Mức độ gần nhau giữa kỳ vọng của một kết quả thử hoặc kết quả đo và giá trị thực.

CHÚ THÍCH 1: Thước đo độ đúng thường được thể hiện bằng độ chệch.

CHÚ THÍCH 2: Độ đúng đôi khi được đề cập đến như là "độ chính xác của trung bình". Cách dùng này không được khuyến nghị.

CHÚ THÍCH 3: Trong thực tế, giá trị thực được thay bằng giá trị quy chiếu được chấp nhận.

[TCVN 8244-2:2010 (ISO 3534-2:2006), định nghĩa 3.3.3]

3.14**Độ không đảm bảo** (uncertainty)

<của phép đo> Tham số, gắn với kết quả đo, đặc trưng cho sự phân tán của các giá trị có thể quy cho đại lượng đo một cách hợp lý.

CHÚ THÍCH 1: Tham số có thể là, ví dụ, độ lệch chuẩn (hoặc một bội xác định của nó), hoặc một nửa độ rộng của khoảng, với mức tin cậy quy định.

CHÚ THÍCH 2: Nói chung, độ không đảm bảo đo bao gồm nhiều thành phần. Một số thành phần có thể đánh giá bằng phân bố thống kê của các kết quả từ đây các phép đo và có thể được đặc trưng bằng độ lệch chuẩn thực nghiệm. Các thành phần khác, cũng có thể được đặc trưng bằng độ lệch chuẩn, được đánh giá từ phân bố xác suất giả định dựa trên thực nghiệm hoặc thông tin khác.

CHÚ THÍCH 3: Có thể hiểu kết quả đo là ước lượng tốt nhất của giá trị đại lượng đo và tất cả thành phần của độ không đảm bảo, gồm cả các thành phần xuất hiện từ những tác động hệ thống như thành phần gắn với sự hiệu chỉnh và chuẩn quy chiếu, đều góp phần vào độ phân tán.

[TCVN 9595-3:2013 (ISO/IEC Guide 98-3:2008), định nghĩa 2.2.3]

3.15

Bảng thành phần độ không đảm bảo (uncertainty budget)

Danh mục các nguồn gây độ không đảm bảo và độ không đảm bảo chuẩn gắn với chúng, được tập hợp với quan điểm để đánh giá độ không đảm bảo chuẩn tổng hợp gắn với kết quả đo.

CHÚ THÍCH: Danh mục này thường bao gồm thông tin bổ sung như hệ số độ nhạy (thay đổi kết quả theo thay đổi trong đại lượng ảnh hưởng đến kết quả), bậc tự do đối với từng độ không đảm bảo chuẩn, và nhận biết cách thức đánh giá từng độ không đảm bảo theo đánh giá Loại A hoặc Loại B [xem TCVN 9595-3:2013 (ISO/IEC Guide 98-3:2008)].

4 Ký hiệu

a	hệ số chỉ phần bị chắn trong mối quan hệ thực nghiệm $\hat{s}_R = a + bm$
B	thành phần độ chệch phòng thí nghiệm
b	hệ số chỉ độ dốc trong mối quan hệ thực nghiệm $\hat{s}_R = a + bm$
c	hệ số trong mối quan hệ thực nghiệm $\hat{s}_R = cm^d$
c_i	hệ số độ nhạy $\partial y / \partial x_i$
d	hệ số chỉ thị số mũ trong mối quan hệ thực nghiệm $\hat{s}_R = cm^d$
e	sai số ngẫu nhiên trong điều kiện lặp lại
k	thừa số bằng số được dùng làm số nhân của độ không đảm bảo chuẩn tổng hợp u để có được độ không đảm bảo mở rộng U
l	số phòng thí nghiệm
m	giá trị trung bình của các phép đo
N	số các đóng góp trong phép tính độ không đảm bảo tổng hợp
n'	số các đóng góp được tích hợp trong phép tính độ không đảm bảo tổng hợp bổ sung cho dữ liệu nghiên cứu phối hợp
n_l	số phép lặp do phòng thí nghiệm l thực hiện trong nghiên cứu mẫu chuẩn được chú ý nhận
n_r	số phép đo lặp
P	số lượng phòng thí nghiệm
Q	số lượng cá thể thử từ mẹ lớn hơn
q	số giá trị được ấn định đồng thuận trong nghiên cứu phối hợp
r_{ij}	hệ số tương quan giữa x_i và x_j , nhận giá trị trong khoảng từ -1 đến $+1$
s_b	thành phần phương sai giữa các nhóm biểu thị bằng độ lệch chuẩn
s_b^2	thành phần phương sai giữa các nhóm
s_D	độ lệch chuẩn ước lượng hoặc thực nghiệm của các kết quả thu được bằng phép đo lặp lại trên mẫu chuẩn sử dụng để kiểm tra việc kiểm soát độ chệch
s_{inh}	độ không đảm bảo gắn với tính không thuần nhất của mẫu
s_{inh}^2	thành phần phương sai gắn với tính không thuần nhất của mẫu

s_l	độ lệch chuẩn lặp lại được ước lượng với v_l bậc tự do đối với phòng thí nghiệm l trong quá trình kiểm tra xác nhận độ lặp lại
s_L	độ lệch chuẩn liên phòng, ước lượng hoặc thực nghiệm
\hat{s}_L	ước lượng đã hiệu chỉnh của độ lệch chuẩn gắn với B trong đó s_L phụ thuộc vào đáp ứng
s_L^2	phương sai được ước lượng của B
s_r	ước lượng của độ lệch chuẩn trong phòng thí nghiệm; độ lệch chuẩn ước lượng cho e
s'_r	ước lượng đã hiệu chỉnh của độ lệch chuẩn trong phòng thí nghiệm, trong đó đóng góp phụ thuộc vào đáp ứng
s_r^2	phương sai được ước lượng của e
s_R	độ lệch chuẩn tái lập được ước lượng
s'_R	ước lượng của độ lệch chuẩn tái lập được hiệu chỉnh cho ước lượng phòng thí nghiệm của độ lệch chuẩn lặp lại
\hat{s}_R	ước lượng đã hiệu chỉnh của độ lệch chuẩn tái lập tính được từ mô hình thực nghiệm, trong đó đóng góp phụ thuộc vào đáp ứng
s_w	ước lượng của độ lệch chuẩn trong phòng thí nghiệm rút ra từ các phép lặp hoặc nghiên cứu độ lặp lại khác
s_w^2	thành phần phương sai trong nhóm được ước lượng (thường là thành phần phương sai trong phòng thí nghiệm)
s_{δ}	độ lệch chuẩn được ước lượng của độ chệch δ đo được trong nghiên cứu phối hợp
$s(\Delta_y)$	độ lệch chuẩn phòng thí nghiệm của các khác biệt trong quá trình so sánh giữa phương pháp thông thường với phương pháp chính thức hoặc với giá trị được ấn định bằng sự đồng thuận
$u(\delta)$	độ không đảm bảo gắn với δ do độ không đảm bảo của việc ước lượng δ khi đo chuẩn đo lường quy chiếu hoặc mẫu chuẩn có giá trị chứng nhận μ
$u(\hat{\mu})$	độ không đảm bảo gắn với giá trị chứng nhận μ
$u(x_i)$	độ không đảm bảo gắn với giá trị đầu vào x_i ; cũng là độ không đảm bảo gắn với x'_i , trong đó x_i và x'_i chỉ khác nhau một hằng số
$u(y)$	độ không đảm bảo chuẩn tổng hợp gắn với y , trong đó $u(y) = \sqrt{\sum_{i=1,n} c_i^2 u^2(x_i)}$
$u_i(y)$	đóng góp vào độ không đảm bảo tổng hợp trong y gắn với giá trị x_i . Theo định nghĩa $u(y)$ ở trên, $u_i(y) = c_i u(x_i)$
$u(y_i)$	độ không đảm bảo chuẩn tổng hợp gắn với kết quả hoặc giá trị được ấn định y_i .
$u(Y)$	độ không đảm bảo tổng hợp đối với kết quả $Y = f(y_1, y_2, \dots)$, trong đó
	$u(Y) = \sqrt{\sum_i [c_i u(y_i)]^2}$
$u^2(y)$	độ không đảm bảo chuẩn tổng hợp gắn với y , biểu thị như phương sai

TCVN 10861:2015

u_{inh}	độ không đảm bảo gắn với tính không thuần nhất của mẫu
U	độ không đảm bảo mở rộng, bằng k lần độ không đảm bảo chuẩn u
$U(y)$	độ không đảm bảo mở rộng trong y , trong đó $U(y) = ku(y)$, trong đó k là hệ số phủ
x_i	giá trị của đại lượng đầu vào thứ i trong phép xác định kết quả
x'_i	độ lệch của giá trị đầu vào thứ i so với giá trị danh nghĩa của x
Y	kết quả tổng hợp được tạo thành như là hàm của các kết quả y_i , khác
y_i	kết quả đối với cá thể thử thứ i từ phương pháp chính thức trong quá trình so sánh các phương pháp hoặc giá trị được ấn định trong so sánh với các giá trị được ấn định bằng đồng thuận
\hat{y}_i	kết quả đối với cá thể thử thứ i từ phương pháp thử thông thường trong quá trình so sánh các phương pháp
y_0	giá trị được ấn định cho thử nghiệm thành thạo
Δ	độ chệch phòng thí nghiệm
Δ_l	ước lượng độ chệch của phòng thí nghiệm l , bằng trung bình phòng thí nghiệm m , trừ đi giá trị chứng nhận, $\hat{\mu}$
$\bar{\Delta}_y$	trung bình độ chệch phòng thí nghiệm trong quá trình so sánh phương pháp thông thường với phương pháp chính thức hoặc với giá trị được ấn định bằng đồng thuận
δ	độ chệch nội tại của phương pháp đo được sử dụng
δ	độ chệch ước lượng hoặc đo được
μ	kỳ vọng chưa biết của kết quả lý tưởng
$\hat{\mu}$	giá trị chứng nhận của mẫu chuẩn
σ_0	độ lệch chuẩn đối với thử nghiệm thành thạo
σ_D	giá trị đúng độ lệch chuẩn của kết quả thu được bằng phép đo lặp lại trên mẫu chuẩn sử dụng để kiểm tra việc kiểm soát độ chệch
σ_B	độ lệch chuẩn liên phòng thí nghiệm; độ lệch chuẩn của B
σ_B^2	phương sai của B ; phương sai liên phòng thí nghiệm
σ_e	độ lệch chuẩn trong phòng thí nghiệm; độ lệch chuẩn của e
σ_e^2	phương sai của e ; phương sai trong phòng thí nghiệm
σ_w	độ lệch chuẩn trong nhóm
σ_{w0}	độ lệch chuẩn yêu cầu đối với hiệu năng thích hợp [xem TCVN 8056 (ISO Guide 33)]
v_{eff}	bậc tự do hiệu dụng đối với độ lệch chuẩn của, hoặc độ không đảm bảo gắn với, kết quả y_i
v_i	bậc tự do gắn với đóng góp thứ i vào độ không đảm bảo
v_l	bậc tự do gắn với ước lượng s_l của độ lệch chuẩn đối với phòng thí nghiệm l trong quá trình kiểm tra xác nhận độ lặp lại

5 Nguyên tắc

5.1 Các kết quả riêng lẻ và hiệu năng quá trình đo

5.1.1 Độ không đảm bảo đo liên quan đến các kết quả riêng lẻ. Ngược lại, độ lặp lại, độ tái lập và độ chệch liên quan đến hiệu năng của quá trình đo hoặc thử. Đối với các nghiên cứu trong tất cả các tiêu chuẩn thuộc bộ TCVN 6910 (ISO 5725), quá trình đo hoặc thử sẽ là một phương pháp đo đơn lẻ, được sử dụng bởi tất cả các phòng thí nghiệm tham gia trong nghiên cứu. Chú ý là đối với mục đích của tiêu chuẩn này, phương pháp đo giả định là được thực hiện với hình thức một thử tục đo chi tiết đơn lẻ [như định nghĩa trong TCVN 6165:2009 (ISO/IEC Guide 99:2007), 2.6]. Hàm ý trong tiêu chuẩn này là số liệu về hiệu năng quá trình rút ra từ nghiên cứu hiệu năng phương pháp có liên quan đến tất cả các kết quả đo riêng lẻ mà quá trình tạo ra. Có thể thấy rằng giả định này đòi hỏi bằng chứng hỗ trợ dưới dạng dữ liệu kiểm soát và đảm bảo chất lượng thích hợp đối với quá trình đo (Điều 7).

5.1.2 Phần dưới đây cho thấy rằng những khác biệt giữa các cá thể thử đơn lẻ có thể cần được tính đến thêm, nhưng với cảnh báo đó, sẽ không cần thực hiện các nghiên cứu về độ không đảm bảo riêng rẽ và chi tiết cho từng cá thể thử đối với quá trình đo ổn định và được mô tả rõ.

5.2 Khả năng áp dụng dữ liệu độ tái lập

Việc áp dụng tiêu chuẩn này dựa trên hai nguyên tắc.

- Một là, độ lệch chuẩn tái lập thu được trong nghiên cứu phối hợp là cơ sở hợp lý cho việc đánh giá độ không đảm bảo đo (xem A.2.1).
- Hai là, những ảnh hưởng không quan sát được trong bối cảnh nghiên cứu phối hợp phải chứng tỏ là không đáng kể hoặc được tính đến một cách rõ ràng. Nguyên tắc thứ hai này được áp dụng bằng việc mở rộng mô hình cơ bản sử dụng cho nghiên cứu phối hợp (xem A.2.3).

5.3 Phương trình cơ bản dùng cho mô hình thống kê

5.3.1 Mô hình thống kê làm cơ sở cho tiêu chuẩn này được trình bày như trong Công thức (1):

$$y = \mu + \delta + B + \sum c_i x'_i + e \quad (1)$$

trong đó

- y là kết quả đo, giả định được tính từ hàm thích hợp;
- μ là kỳ vọng (chưa biết) của kết quả lý tưởng;
- δ là số hạng thể hiện độ chệch nội tại của phương pháp đo;
- B là thành phần độ chệch phòng thí nghiệm;
- x'_i độ lệch so với giá trị danh nghĩa của x_i ;
- c_i hệ số độ nhạy, bằng $\partial y / \partial x_i$;
- e là số hạng sai số ngẫu nhiên trong điều kiện lặp lại.

B và e được giả định là có phân bố chuẩn, với các phương sai tương ứng là σ_L^2 và σ_r^2 . Các số hạng này tạo thành mô hình sử dụng trong TCVN 6910-2:2001 (ISO 5725-2:1994) dùng cho việc phân tích dữ liệu nghiên cứu phối hợp.

Vì độ lệch chuẩn quan sát được của độ chệch phương pháp, δ , độ chệch phòng thí nghiệm, B , và sai số ngẫu nhiên, e , là thước đo độ phân tán tổng thể trong các điều kiện nghiên cứu phối hợp, nên tổng $\sum c_i x_i$ bao trùm những ảnh hưởng thuộc về các độ lệch khác với những độ lệch nằm trong δ , B hoặc e , và do đó tổng này cung cấp một phương pháp kết hợp các ảnh hưởng của những hoạt động không được tiến hành trong quá trình nghiên cứu phối hợp.

Ví dụ về các hoạt động này bao gồm:

- việc chuẩn bị cá thể thử tiến hành trên thực tế cho từng cá thể thử, nhưng tiến hành trước khi đưa vào trong trường hợp nghiên cứu phối hợp;
- ảnh hưởng của việc lấy mẫu con trên thực tế khi cá thể thử được đưa vào nghiên cứu phối hợp thường được chuẩn nhất hóa trước khi nghiên cứu. x_i được giả định là có phân bố chuẩn với kỳ vọng "không" và phương sai $u^2(x_i)$.

Thuyết minh về mô hình này được trình bày chi tiết trong Phụ lục A để tham khảo.

CHÚ THÍCH: Sai số thường được định nghĩa là chênh lệch giữa giá trị quy chiếu và kết quả. Trong GUM, "sai số" (một giá trị) được phân biệt rõ với "độ không đảm bảo" (độ phân tán của các giá trị). Tuy nhiên, trong ước lượng độ không đảm bảo, điều quan trọng là mô tả độ phân tán do các ảnh hưởng ngẫu nhiên và đưa chúng vào trong một mô hình rõ ràng. Đối với mục đích hiện tại, điều này đạt được bằng cách đưa vào "số hạng sai số" với kỳ vọng "không" như trong công thức (1) ở trên.

5.3.2 Với mô hình mô tả bởi Công thức (1), độ không đảm bảo $u(y)$ gắn với một quan trắc có thể được ước lượng bằng cách sử dụng Công thức (2).

$$u^2(y) = u^2(\delta) + s_L^2 + \sum c_i^2 u^2(x_i) + s_r^2 \quad (2)$$

trong đó

s_L^2 là phương sai ước lượng của B ;

s_r^2 là phương sai ước lượng của e ;

$u(\delta)$ là độ không đảm bảo gắn với δ do độ không đảm bảo của ước lượng δ khi đo chuẩn đo lường quy chiếu hoặc mẫu chuẩn có giá trị được chứng nhận $\hat{\mu}$;

$u(x_i)$ là độ không đảm bảo gắn với x_i .

Với độ lệch chuẩn tái lập s_R được cho bởi $s_R^2 = s_L^2 + s_r^2$, s_R^2 có thể được thay thế cho $s_L^2 + s_r^2$ và Công thức (2) rút gọn thành Công thức (3):

$$u^2(y) = u^2(\delta) + s_R^2 + \sum c_i^2 u^2(x_i) \quad (3)$$

5.4 Dữ liệu độ lặp lại

Có thể thấy rằng dữ liệu độ lặp lại sử dụng trong tiêu chuẩn này chủ yếu để kiểm tra độ chụm, mà khi kết hợp với các thử nghiệm khác, khẳng định rằng một phòng thí nghiệm cụ thể có thể áp dụng dữ liệu độ tái lập và độ đúng trong các ước lượng độ không đảm bảo của mình. Dữ liệu độ lặp lại cũng được sử dụng khi tính toán thành phần tái lập của độ không đảm bảo (xem 7.3 và Điều 11).

6 Đánh giá độ không đảm bảo bằng cách sử dụng ước lượng độ lặp lại, độ tái lập và độ đúng

6.1 Quy trình đánh giá độ không đảm bảo đo

Các nguyên tắc làm cơ sở cho tiêu chuẩn này (xem 5.1) dẫn đến quy trình đánh giá độ không đảm bảo đo dưới đây.

- Có được các ước lượng của độ lặp lại, độ tái lập và độ đúng của phương pháp được sử dụng từ thông tin đã công bố về phương pháp.
- Xác minh xem độ chệch phòng thí nghiệm đối với các phép đo có nằm trong phạm vi giá trị kỳ vọng trên cơ sở dữ liệu thu được ở 6.1 a) hay không.
- Xác minh xem độ chụm thu được qua các phép đo hiện tại có nằm trong phạm vi giá trị kỳ vọng trên cơ sở các ước lượng của độ lặp lại và độ tái lập thu được ở 6.1 a) hay không.
- Xác định mọi ảnh hưởng đến phép đo chưa được tính đến đầy đủ trong các nghiên cứu đề cập ở 6.1 a), và định lượng phương sai có thể phát sinh từ những ảnh hưởng này, có tính đến hệ số độ nhạy và độ không đảm bảo đối với từng ảnh hưởng.
- Trường hợp độ chệch và độ chụm đều được kiểm soát, như chỉ ra trong ở 6.1 b) và c), kết hợp ước lượng độ tái lập [6.1 a)] với độ không đảm bảo gắn với độ đúng [6.1 a) và b)] và tác động của các ảnh hưởng bổ sung [6.1 d)] để tạo thành ước lượng độ không đảm bảo tổng hợp.

Các bước khác nhau này được mô tả chi tiết hơn trong Điều 7 đến Điều 11.

CHÚ THÍCH: Tiêu chuẩn này giả định rằng khi độ chệch không được kiểm soát, hành động khắc phục được thực hiện để đưa quá trình trở lại trạng thái kiểm soát.

6.2 Khác biệt giữa độ chụm kỳ vọng và độ chụm thực tế

Khi độ chụm trong thực tế khác với độ chụm được kỳ vọng từ nghiên cứu ở 6.1 a), thì các đóng góp gắn với độ không đảm bảo cần được hiệu chỉnh. Việc hiệu chỉnh các ước lượng độ tái lập cho trường hợp chung trong đó độ chụm gắn tỷ lệ với mức đáp ứng được mô tả trong 8.5.

7 Xác minh sự thích hợp của dữ liệu hiệu năng phương pháp với kết quả đo từ một quá trình đo cụ thể

7.1 Quy định chung

Kết quả của nghiên cứu phối hợp đưa ra các chỉ số hiệu năng (s_R, s_T) và, trong một số trường hợp, ước lượng độ chệch của phương pháp, chúng tạo thành "quy định kỹ thuật" về hiệu năng của phương pháp. Khi chấp nhận phương pháp cho một mục đích xác định của nó, phòng thí nghiệm thường mong muốn chứng tỏ rằng mình đáp ứng "quy định kỹ thuật" này. Trong hầu hết các trường hợp, điều này đạt được nhờ các nghiên cứu nhằm xác nhận việc kiểm soát độ lặp lại (xem 7.3) và thành phần độ chệch phòng thí nghiệm (xem 7.2), và bằng việc kiểm tra liên tục hiệu năng [kiểm soát chất lượng và đảm bảo chất lượng (xem 7.4)].

7.2 Chứng minh việc kiểm soát thành phần độ chệch phòng thí nghiệm

7.2.1 Yêu cầu chung

7.2.1.1 Trong việc áp dụng một phương pháp, phòng thí nghiệm cần chứng minh rằng độ chệch được kiểm soát, nghĩa là thành phần độ chệch phòng thí nghiệm nằm trong phạm vi được kỳ vọng từ nghiên cứu phối hợp. Các mô tả sau đây giả định rằng việc kiểm tra độ chệch được thực hiện trên vật liệu có giá trị quy chiếu gần giống với cá thể thực tế được thử nghiệm thường xuyên. Trường hợp vật liệu sử dụng cho việc kiểm tra độ chệch không có giá trị quy chiếu gần với giá trị của vật liệu được thử thường xuyên thì đóng góp của độ không đảm bảo thu được cần được hiệu chỉnh theo quy định trong 8.4 và 8.5.

7.2.1.2 Nói chung, việc kiểm tra thành phần độ chệch phòng thí nghiệm tạo ra sự so sánh giữa các kết quả của phòng thí nghiệm với giá trị quy chiếu nào đó, và tạo nên ước lượng của B . Công thức (2) cho thấy, độ không đảm bảo gắn với độ biến động trong B được thể hiện bằng s_L , bản thân nó đã bao gồm trong s_R . Tuy nhiên, do chính việc kiểm tra độ chệch cũng có sự không chắc chắn, nên độ không đảm bảo của việc so sánh về nguyên tắc sẽ làm tăng độ không đảm bảo của kết quả thu được trong các ứng dụng tương lai của phương pháp. Vì lý do này, điều quan trọng là phải chắc chắn để độ không đảm bảo gắn với việc kiểm tra độ chệch là nhỏ so với s_R (lý tưởng là nhỏ hơn $0,2 s_R$) và hướng dẫn dưới đây giả định độ không đảm bảo gắn với việc kiểm tra độ chệch là không đáng kể. Trong trường hợp này, và không có bằng chứng nào về thành phần độ chệch phòng thí nghiệm vượt quá giá trị này, thì áp dụng Công thức (3) mà không cần thay đổi gì. Trường hợp độ không đảm bảo gắn với việc kiểm tra độ chệch lớn thì cần thận trọng tăng độ không đảm bảo được ước lượng trên cơ sở Công thức (3), ví dụ, bằng cách đưa vào trong bảng thành phần độ không đảm bảo (3.15) các hạng mục bổ sung.

Trường hợp nghiên cứu phối hợp độ đúng cho biết phương pháp có độ chệch đáng kể thì cần tính đến độ chệch đã biết của phương pháp khi đánh giá độ chệch phòng thí nghiệm, ví dụ bằng cách hiệu chỉnh các kết quả đối với độ chệch phương pháp đã biết.

7.2.2 Phương pháp chứng minh việc kiểm soát thành phần độ chệch phòng thí nghiệm

7.2.2.1 Quy định chung

Việc kiểm soát độ chệch có thể được chứng minh, ví dụ, bằng một trong các phương pháp dưới đây. Để nhất quán, trong tiêu chuẩn này sử dụng cùng một chuẩn mực chung cho tất cả các thử nghiệm độ chệch. Có thể sử dụng các thử nghiệm chặt chẽ hơn.

7.2.2.2 Nghiên cứu về mẫu chuẩn được chứng nhận hoặc chuẩn đo lường

Phòng thí nghiệm l cần thực hiện n_l phép đo lặp trên chuẩn quy chiếu trong điều kiện lặp lại, để tạo thành ước lượng Δ_l (bằng trung bình phòng thí nghiệm m trừ đi giá trị được chứng nhận μ) của độ chệch trên vật liệu này. Trong thực hành, n_l cần được chọn sao cho độ không đảm bảo $\sqrt{s_w^2/n_l} < 0,2 s_R$. Chú ý là, nói chung, chuẩn quy chiếu này không giống như chuẩn đo lường đã được sử dụng trong đánh giá độ đúng của phương pháp. Ngoài ra, Δ_l thường không bằng B . Theo TCVN 8056 (ISO Guide 33) [14] với thay đổi tương ứng về ký hiệu, quá trình đo được xem là thực hiện đầy đủ nếu

$$|\Delta_l| < 2\sigma_D \quad (4)$$

σ_D trong Công thức (4) được ước lượng bởi s_D , cho bởi Công thức (5):

$$s_D^2 = s_L^2 + \frac{s_w^2}{n_l} \quad (5)$$

trong đó

n_l là số lần lặp bởi phòng thí nghiệm l ;

s_w là độ lệch chuẩn trong phòng thí nghiệm đối với n_l lần lặp hoặc rút ra từ các nghiên cứu độ lặp lại khác;

s_L là độ lệch chuẩn liên phòng thí nghiệm rút ra từ nghiên cứu phối hợp.

Sự phù hợp với chuẩn mực trong Công thức (4) được lấy để khẳng định rằng thành phần độ chệch phòng thí nghiệm B nằm trong tổng thể các giá trị được thể hiện trong nghiên cứu phối hợp. Chú ý rằng mẫu chuẩn hoặc chuẩn quy chiếu được sử dụng ở đây như một kiểm tra độc lập hoặc vật liệu kiểm tra chứ không như một mẫu hiệu chuẩn.

CHÚ THÍCH 1: Phòng thí nghiệm được tự do chọn chuẩn mực chặt chẽ hơn so với công thức (4), bằng cách sử dụng hệ số nhỏ hơn 2 hoặc sử dụng phép kiểm nghiệm thay thế và nhạy hơn đối với độ chệch.

CHÚ THÍCH 2: Quy trình này giả định rằng độ không đảm bảo gắn với giá trị quy chiếu là nhỏ so với σ_D .

7.2.2.3 So sánh với phương pháp thử xác định đã biết độ không đảm bảo

Phòng thí nghiệm l cần thử số lượng phù hợp n_l cá thể thử bằng cách sử dụng cả phương pháp chính thức và phương pháp thử được sử dụng trong phòng thí nghiệm, để tạo ra n_l cặp giá trị (y_l , \hat{y}_l), trong đó y_l là kết quả từ phương pháp chính thức đối với cá thể thử " i " còn \hat{y}_l là giá trị thu được từ phương pháp thử thông thường đối với cá thể thử " i ". Sau đó, phòng thí nghiệm cần tính độ chệch trung bình $\bar{\Delta}_l$ bằng cách sử dụng Công thức (6) và độ lệch chuẩn của các hiệu $s(\Delta_l)$ như trong Công thức (7).

$$\bar{\Delta}_y = \frac{1}{n_l} \sum_{i=1}^{n_l} (\hat{y}_i - y_i) \quad (3)$$

$$s(\Delta_y) = \sqrt{\frac{1}{n_l - 1} \sum_{i=1}^{n_l} (\Delta_{y_i} - \bar{\Delta}_y)^2} \quad (7)$$

trong đó $\Delta_{y_i} = \hat{y}_i - y_i$

Trong thực tế, n_l cần được chọn sao cho độ lệch chuẩn $\sqrt{s^2(\Delta_y)/n_l} < 0,2 s_R$. Tương tự với Công thức (4) và (5), quá trình đo được xem là thực hiện đầy đủ nếu $|\bar{\Delta}_y| < 2s_D$ trong đó $s_D^2 = s_L^2 + s^2(\Delta_y) / n_l$. Trong trường hợp này, sử dụng Công thức (3) mà không cần thay đổi gì.

CHÚ THÍCH 1: Phòng thí nghiệm được tự do chọn chuẩn mực chặt chẽ hơn $|\bar{\Delta}_y| < 2s_D$, bằng cách sử dụng hệ số phủ nhỏ hơn 2 hoặc sử dụng phép kiểm nghiệm thay thế và nhạy hơn đối với độ chệch.

CHÚ THÍCH 2: Quy trình này giả định rằng độ không đảm bảo chuẩn gắn với phương pháp quy chiếu là nhỏ so với s_D và độ lệch $\Delta_{y_i} = \hat{y}_i - y_i$ có thể được giả định là phát sinh từ tổng thể có phương sai gần bằng hằng số.

7.2.2.4 So sánh với phòng thí nghiệm khác sử dụng cùng phương pháp

Nếu phòng thí nghiệm / tham gia vào hoạt động phối hợp thêm (ví dụ, thử nghiệm thành thạo như xác định trong TCVN ISO/IEC 17043), từ đó nó có thể ước lượng độ chệch, thì dữ liệu đó có thể được sử dụng để xác nhận việc kiểm soát độ chệch. Có thể có hai trường hợp.

- Công việc liên quan đến thử nghiệm một chuẩn đo lường hoặc mẫu chuẩn có giá trị và độ không đảm bảo được ấn định độc lập. Khi đó, áp dụng đúng quy trình nêu trong 7.2.2.2.
- Việc so sánh tạo ra q (≥ 1) giá trị ấn định y_1, y_2, \dots, y_q bằng sự đồng thuận. Khi đó, phòng thử nghiệm, có các kết quả được thể hiện bằng $\hat{y}_1, \hat{y}_2, \dots, \hat{y}_q$, cần tính độ chệch trung bình $\bar{\Delta}_y$ theo Công thức (8) và độ lệch chuẩn $s(\Delta_y)$ đối với các trung bình đồng thuận như trong Công thức (9).

$$\bar{\Delta}_y = \frac{1}{q} \sum_{i=1}^q (\hat{y}_i - y_i) \quad (8)$$

$$s(\Delta_y) = \sqrt{\frac{1}{q-1} \sum_{i=1}^q (\Delta_{y_i} - \bar{\Delta}_y)^2} \quad (9)$$

trong đó $\Delta_{y_i} = \hat{y}_i - y_i$.

Quá trình đo được xem là thực hiện đầy đủ nếu $|\bar{\Delta}_y| < 2s_D$ trong đó $s_D^2 = s_L^2 + s^2(\Delta_y) / q$. Trong trường hợp này, sử dụng Công thức (3) mà không cần thay đổi gì.

CHÚ THÍCH 1: Quy trình này giả định rằng giá trị đồng thuận dựa trên một số kết quả lớn so với q , dẫn đến độ không đảm bảo gắn với giá trị được ấn định là không đáng kể, và độ lệch Δ_{y_i} có thể được coi là lấy từ tổng thể

có phương sai gần như không đổi.

CHÚ THÍCH 2: Trong một số chương trình thử nghiệm thành thạo, tất cả các kết quả của \hat{y}_i thu được được chuyển đổi thành điểm số z , $z_i = (\hat{y}_i - y_i)/\sigma_0$, bằng cách trừ đi giá trị ấn định y_i và chia cho độ lệch chuẩn σ_0 của thử nghiệm thành thạo (TCVN ISO/IEC 17043). Trong trường hợp này, và khi độ lệch chuẩn của thử nghiệm thành thạo nhỏ hơn hoặc bằng s_R của phương pháp, điểm số z trung bình nằm giữa $\pm 2/\sqrt{q}$ đối với q giá trị ấn định cung cấp đủ bằng chứng về kiểm soát độ chệch. Điều này thuận tiện cho tính toán và kém nhạy với giả định về phương sai là hằng số trong Chú thích 1, nhưng cần chú ý rằng đây thường là chuẩn mực chặt chẽ hơn so với mô tả trong 7.2.2.4. Phòng thí nghiệm được tự do sử dụng các chuẩn mực chặt chẽ hơn (xem Chú thích 3) nhưng việc tính toán mô tả ở 7.2.2.4 là cần thiết để đảm bảo tính tương đương.

CHÚ THÍCH 3: Phòng thí nghiệm được tự do sử dụng các chuẩn mực chặt chẽ hơn.

7.2.3 Phát hiện thành phần độ chệch lớn của phòng thí nghiệm

Như lưu ý trong phần phạm vi áp dụng, tiêu chuẩn này chỉ áp dụng trong trường hợp thành phần độ chệch phòng thí nghiệm được kiểm soát một cách rõ ràng. Khi phát hiện độ chệch bị vượt quá, giả định rằng sẽ thực hiện hành động để đưa độ chệch về phạm vi yêu cầu trước khi tiến hành các phép đo. Hành động như vậy thường sẽ liên quan đến khảo sát và loại trừ nguyên nhân của độ chệch.

7.3 Kiểm tra xác nhận độ lặp lại

7.3.1 Phòng thí nghiệm l cần cho thấy rằng độ lặp lại của mình nhất quán với độ lệch chuẩn lặp lại thu được trong quá trình nghiên cứu phối hợp. Việc chứng minh tính nhất quán cần đạt được bằng phân tích lặp lại một hoặc nhiều vật liệu thử phù hợp, để thu được (nhờ các kết quả gộp, nếu cần) độ lệch chuẩn lặp lại s_l với bậc tự do ν_l . Giá trị của s_l cần được so sánh, bằng cách sử dụng kiểm nghiệm- F ở mức tin cậy 95 %, nếu cần, với độ lệch chuẩn lặp lại s_r rút ra từ nghiên cứu phối hợp. Trong thực tế, cần thực hiện đủ số lần lặp để có được $\nu_l \geq 15$.

7.3.2 Nếu s_l tìm được lớn hơn đáng kể so với s_r , thì phòng thí nghiệm liên quan cần nhận biết và hiệu chỉnh nguyên nhân hoặc sử dụng s_l thay cho s_r trong tất cả các ước lượng độ không đảm bảo tính theo tiêu chuẩn này. Đặc biệt lưu ý là việc này sẽ dẫn đến tăng giá trị ước lượng của độ lệch chuẩn tái lập

s_R , vì $s_R = \sqrt{s_L^2 + s_r^2}$ được thay bằng $s'_R = \sqrt{s_L^2 + s_l^2}$, trong đó s'_R là ước lượng được hiệu chỉnh của độ lệch chuẩn tái lập. Ngược lại, khi s_l nhỏ hơn đáng kể so với s_r , thì phòng thí nghiệm cũng có thể sử dụng s_l thay cho s_r , cung cấp ước lượng độ không đảm bảo nhỏ hơn.

Trong tất cả các nghiên cứu độ chụm, điều quan trọng là khẳng định rằng dữ liệu không thay đổi theo xu hướng không mong muốn và kiểm tra xem độ lệch chuẩn s_w có thay đổi đối với các cá thể thử khác hay không. Trường hợp độ lệch chuẩn s_w không phải là hằng số, có thể thích hợp khi đánh giá độ chụm riêng cho từng lớp cá thể khác nhau hoặc rút ra một mô hình tổng quát (như trong 8.5) về sự phụ thuộc.

CHÚ THÍCH: Trường hợp yêu cầu giá trị độ chụm cụ thể, TCVN 8056 (ISO Guide 33) cung cấp chi tiết về kiểm

nghiệm dựa vào $\chi^2_c = \left(\frac{s_w}{\sigma_w}\right)^2$ với σ_w đặt ở giá trị độ chụm yêu cầu.

7.4 Kiểm tra xác nhận liên tục hiệu năng

Ngoài việc ước lượng ban đầu độ chệch và độ chụm, phòng thí nghiệm cần có biện pháp thích hợp để đảm bảo rằng quy trình đo ở trong trạng thái kiểm soát thống kê. Cụ thể, điều này sẽ liên quan đến:

- việc kiểm soát chất lượng thích hợp, bao gồm việc kiểm tra thường xuyên độ chệch và độ chụm. Các kiểm tra này có thể sử dụng cá thể thử hoặc vật liệu ổn định, thuận nhất bất kỳ có liên quan. Đặc biệt khuyến nghị sử dụng biểu đồ kiểm soát chất lượng (xem Tài liệu tham khảo [8] và [9]);
- biện pháp đảm bảo chất lượng, bao gồm việc sử dụng nhân sự có trình độ và được đào tạo thích hợp làm việc trong hệ thống quản lý phù hợp.

CHÚ THÍCH: Khi sử dụng biểu đồ kiểm soát, độ lệch chuẩn của các quan trắc kiểm soát chất lượng trong một khoảng thời gian thường cần nhỏ hơn giá trị s'_R tính được ở 7.3.2 nếu độ chụm và độ chệch được kiểm soát đầy đủ.

8 Thiết lập sự phù hợp cho cá thể thử

8.1 Quy định chung

Trong nghiên cứu phối hợp hoặc ước lượng thước đo độ chụm trung gian theo TCVN 6910-2:2001 (ISO 5725-2:1994) và TCVN 6910-3:2001 (ISO 5725-3:1994), thông thường sẽ là đo các giá trị trên vật liệu thuận nhất hoặc cá thể thử có số loại ít. Thực hành phổ biến là phân phối vật liệu đã được chuẩn bị. Mặt khác, các cá thể thử thường xuyên có thể rất khác nhau và có thể đòi hỏi xử lý thêm trước khi thử. Ví dụ, mẫu thử môi trường thường được cung cấp ở dạng khô, bột mịn và đồng đều cho mục đích nghiên cứu phối hợp; các mẫu thường xuyên dạng ướt, không thuận nhất và chia thô. Vì vậy, theo đó cần nghiên cứu, và nếu cần thì cho phép, những khác biệt như vậy.

8.2 Lấy mẫu

8.2.1 Xem xét việc lấy mẫu

Các nghiên cứu phối hợp hiếm khi bao gồm bước lấy mẫu; nếu phương pháp sử dụng nội bộ liên quan đến lấy mẫu con, hoặc quy trình được sử dụng thường xuyên để ước lượng tính chất dạng đồng từ một mẫu nhỏ thì cần nghiên cứu ảnh hưởng của việc lấy mẫu. Có thể hữu ích khi viện dẫn tài liệu về lấy mẫu như ISO 11648-1 hoặc tiêu chuẩn khác cho mục đích cụ thể.

8.2.2 Tính không thuận nhất

Tính không thuận nhất thường được nghiên cứu thực nghiệm thông qua các nghiên cứu về tính thuận nhất từ đó có thể thu được ước lượng phương sai, thường từ phân tích phương sai (ANOVA) các kết quả lặp trên nhiều cá thể thử, trong đó thành phần phương sai liên cá thể s_{inh}^2 thể hiện ảnh hưởng của

tính không thuần nhất. Trường hợp phát hiện vật liệu thử là rất không thuần nhất (sau quá trình thuần nhất hóa quy định bất kỳ), ước lượng phương sai này cần được chuyển trực tiếp thành độ không đảm bảo chuẩn (nghĩa là $u_{inh} = s_{inh}$). Trong một số tình huống, đặc biệt khi độ lệch chuẩn không thuần nhất tìm được từ mẫu gồm Q cá thể thử lấy từ một mẻ lớn hơn và kết quả trung bình sẽ được áp dụng cho các cá thể khác trong mẻ đó, thì đóng góp của độ không đảm bảo được dựa trên khoảng dự đoán (nghĩa là $u_{inh} = s_{inh}\sqrt{(Q+1)/Q}$). Cũng có thể ước lượng ảnh hưởng của tính không thuần nhất về mặt lý thuyết, bằng cách sử dụng hiểu biết về quá trình lấy mẫu và các giả định thích hợp về phân bố lấy mẫu.

8.3 Chuẩn bị mẫu và xử lý sơ bộ

Trong hầu hết các nghiên cứu, mẫu được thuần nhất hóa và có thể được ổn định thêm trước khi phân phối. Có thể cần nghiên cứu và cho phép có ảnh hưởng của quy trình xử lý sơ bộ cụ thể áp dụng nội bộ. Thông thường, nghiên cứu như vậy xác minh ảnh hưởng của quy trình lên kết quả đo bằng các nghiên cứu trên vật liệu có tính chất được xác minh gần đúng hoặc chính xác. Ảnh hưởng có thể là thay đổi về độ phân tán hoặc ảnh hưởng hệ thống. Những thay đổi đáng kể về độ phân tán cần được dung hòa bằng cách bổ sung hạng mục thích hợp vào bảng thành phần độ không đảm bảo (giả định ảnh hưởng là làm tăng độ phân tán). Trường hợp tìm thấy ảnh hưởng hệ thống đáng kể, thuận tiện nhất là xác định giới hạn trên cho ảnh hưởng đó. Theo các khuyến nghị của GUM, đây có thể được coi như giới hạn của phân bố đối xứng hình chữ nhật hoặc phân bố đối xứng hữu hạn thích hợp khác, và độ không đảm bảo chuẩn ước lượng bằng việc chia nửa độ rộng của phân bố cho hệ số thích hợp.

8.4 Thay đổi về loại cá thể thử

Cần nghiên cứu độ không đảm bảo phát sinh từ thay đổi về loại hoặc thành phần cá thể thử so với được sử dụng trong nghiên cứu phối hợp, khi thích hợp. Thông thường, những ảnh hưởng như vậy cần được dự đoán trên cơ sở các ảnh hưởng được xác minh phát sinh từ các tính chất dạng đồng (mà sau đó dẫn đến độ không đảm bảo được ước lượng bằng cách sử dụng cách tiếp cận cơ sở trong GUM) hoặc nghiên cứu bằng cách thay đổi về loại hoặc thành phần cá thể thử (xem Phụ lục B) một cách hệ thống hoặc ngẫu nhiên.

8.5 Biến thiên độ không đảm bảo theo mức của đáp ứng

8.5.1 Hiệu chỉnh s_R

Thực tế là một số hoặc hầu hết các đóng góp vào độ không đảm bảo đối với một phép đo cho trước đều phụ thuộc vào giá trị của đại lượng đo. TCVN 6910-2:2001 (ISO 5725-2:1994) xét ba trường hợp đơn giản trong đó độ lệch chuẩn tái lập đối với giá trị m dương cụ thể được mô tả gần đúng bằng một trong các mô hình

$$\hat{s}_R = bm \quad (10)$$

$$\hat{s}_R = a + bm \quad (11)$$

$$\hat{s}_R = cm^d \quad (12)$$

trong đó

\hat{s}_R là độ lệch chuẩn tái lập được hiệu chỉnh tính từ mô hình gần đúng;

a, b, c và d là hệ số thực nghiệm rút ra từ nghiên cứu của năm hoặc nhiều hơn năm cá thể thử khác nhau có các đáp ứng trung bình m khác nhau (a, b và c dương)

Khi áp dụng một trong các công thức từ (10) đến (12), độ không đảm bảo cần dựa trên ước lượng độ tái lập tính được bằng cách sử dụng mô hình thích hợp.

Trường hợp áp dụng các quy định của 7.3, \hat{s}_R cũng cần phản ánh đóng góp thay đổi của độ lặp lại s_r . Đối với hầu hết các mục đích, thay đổi tỷ lệ thuận đơn giản trong \hat{s}_R là đủ đáp ứng, đó là

$$s'_R = (a + bm) \frac{\sqrt{s_L^2 + s_I^2}}{\sqrt{s_L^2 + s_W^2}} \quad (13)$$

trong đó s'_R có cùng ý nghĩa như ở 7.3.

8.5.2 Thay đổi của các đóng góp khác vào độ không đảm bảo

Nói chung, khi đóng góp bất kỳ vào độ không đảm bảo có thay đổi so với đáp ứng đo được theo cách thức có thể dự đoán, thì độ không đảm bảo chuẩn liên quan trong y cần được hiệu chỉnh theo.

CHÚ THÍCH: Khi nhiều đóng góp vào độ không đảm bảo tỷ lệ hoàn toàn với y , thường sẽ thuận tiện khi biểu thị tất cả những ảnh hưởng đáng kể dưới dạng ảnh hưởng bội tới y và tất cả độ không đảm bảo được quy về độ lệch chuẩn tương đối.

9 Các yếu tố bổ sung

Điều 8 xem xét các yếu tố chính có thể thay đổi giữa nghiên cứu phối hợp và thử nghiệm thường xuyên. Có khả năng là các ảnh hưởng khác có thể xảy ra trong trường hợp cá biệt cụ thể, do các biến kiểm soát không thay đổi một cách ngẫu nhiên hay cố ý trong quá trình nghiên cứu phối hợp, hoặc do phạm vi lựa chọn của nghiên cứu phối hợp không bao trùm đầy đủ các điều kiện thực tế có thể có.

Ảnh hưởng của các yếu tố được duy trì không đổi hoặc thay đổi không đủ trong nghiên cứu phối hợp cần được ước lượng riêng rẽ, từ biến động thực nghiệm hoặc nhờ dự đoán từ lý thuyết. Trong trường hợp các ảnh hưởng này đáng kể, độ không đảm bảo gắn với các yếu tố như vậy cần được ước lượng, ghi chép và kết hợp với các đóng góp khác theo cách thông thường [nghĩa là theo nguyên tắc lấy tổng trong Công thức (3)].

10 Biểu thức tổng quát cho độ không đảm bảo chuẩn tổng hợp

Công thức (3), có tính đến nhu cầu sử dụng ước lượng được hiệu chỉnh \hat{s}_R^2 thay cho s_R^2 để cho phép có các yếu tố đề cập trong điều 8, dẫn đến biểu thức tổng quát trong Công thức (14) dùng cho việc ước lượng độ không đảm bảo chuẩn tổng hợp $u(y)$ gắn với kết quả y :

$$u^2(y) = s_R^2 + u^2(\delta) + \sum_{i=1}^{nr} [c_i^2 u^2(x_i)] \quad (14)$$

trong đó $u(\delta)$ được tính như xác định trong Công thức (15); xem thêm Công thức (A.8):

$$u(\delta) = \sqrt{s_{\delta}^2 + u^2(\hat{\mu})} = \sqrt{\frac{s_R^2 - (1 - 1/n)s_r^2}{p} + u^2(\hat{\mu})} \quad (15)$$

trong đó

p là số phòng thí nghiệm;

n là số phép lặp trong từng phòng thí nghiệm;

$u(\hat{\mu})$ là độ không đảm bảo gắn với giá trị được chứng nhận $\hat{\mu}$ sử dụng để ước lượng độ chệch trong nghiên cứu phối hợp.

Biến $u(B)$ không xuất hiện trong Công thức (14) vì s_L , độ không đảm bảo gắn với B , đã bao gồm trong s_R^2 . Chỉ số dưới "i" bao trùm các ảnh hưởng xác định ở Điều 8 và Điều 9 (giả định i có chỉ số chạy liên tiếp từ 1 đến n'). Rõ ràng khi mọi ảnh hưởng và độ không đảm bảo là nhỏ so với s_R , đối với hầu hết các mục đích thực tiễn, chúng có thể được bỏ qua. Ví dụ, độ không đảm bảo nhỏ hơn 0,2 s_R dẫn đến ước lượng độ không đảm bảo toàn bộ thay đổi dưới 0,02 s_R .

CHÚ THÍCH: Khi tất cả các đóng góp vào độ không đảm bảo được biểu thị dưới dạng độ lệch chuẩn tương đối hoặc phần trăm như gợi ý trong chú thích ở 8.5.2, có thể áp dụng trực tiếp Công thức (14) và (15) cho các giá trị tương đối và độ không đảm bảo $u(y)$ thu được sẽ có dạng độ lệch chuẩn tương đối hoặc phần trăm.

11 Bảng thành phần độ không đảm bảo dựa trên dữ liệu nghiên cứu phối hợp

Tiêu chuẩn này giả định nhất thiết chỉ có một mô hình đối với kết quả phép đo hoặc phép thử: được cho trong Công thức (3). Bằng chứng đòi hỏi để hỗ trợ sự tin cậy liên tục vào mô hình có thể đến từ nhiều nguồn khác nhau, nhưng khi độ không đảm bảo gắn với phép thử liên quan là không đáng kể thì sử dụng Công thức (3). Tuy nhiên, có một số tình huống khác nhau trong đó Công thức (3) có thay đổi đôi chút, đặc biệt là khi số hạng độ tái lập hoặc độ lặp lại phụ thuộc vào đáp ứng. Bảng thành phần độ không đảm bảo trong đó độ không đảm bảo về cơ bản là độc lập với đáp ứng trong phạm vi quan tâm được tổng hợp trong Bảng 1, và khi độ không đảm bảo phụ thuộc vào đáp ứng, là trong Bảng 2.

Bảng 1 – Các đóng góp của độ không đảm bảo không phụ thuộc vào đáp ứng

Ảnh hưởng	Độ không đảm bảo chuẩn ^a gắn với y	Bình luận
δ	$u(\delta)$	Chỉ được tính nếu nghiên cứu phối hợp có kết hợp hiệu chỉnh độ chệch và độ không đảm bảo là đáng kể.
B	s_L	Xem Bảng 2.
e	s_r	Nếu trung bình của n_r phép lập hoàn chỉnh của phương pháp ^b được sử dụng trong thực tế trên cá thể thử thì độ không đảm bảo gắn với e trở thành $\hat{s}_r / \sqrt{n_r}$
x_i	$ c_i u(x_i)$	Xem Điều 8 và Phụ lục B.

^a Các độ không đảm bảo chuẩn này có cùng đơn vị với y . Chúng cũng có thể được trình bày theo hạng mục tương đối (xem Chú thích cho Điều 10).

^b Bản thân phương pháp có thể bắt buộc lặp lại; n_r liên quan đến việc lặp lại của toàn bộ phương pháp bao gồm bất kỳ việc lặp lại nào như vậy.

Bảng 2 – Các đóng góp của độ không đảm bảo phụ thuộc vào đáp ứng

Ảnh hưởng	Độ không đảm bảo chuẩn ^{a,b} gắn với y	Bình luận
δ	$\left \frac{\partial y}{\partial \delta} \right u(\delta)$	Chỉ được tính nếu nghiên cứu phối hợp có kết hợp hiệu chỉnh độ chệch và độ không đảm bảo là đáng kể. (Phần vi phân được tính đến để bao hàm cả các trường hợp mà việc hiệu chỉnh không chỉ đơn thuần là cộng hoặc trừ.)
B	$\hat{s}_L = a_L + b_L m$	a_L và b_L là các hệ số của quan hệ tuyến tính giả định giữa s_L và đáp ứng trung bình m , tương tự Công thức (11). Dạng này chỉ áp dụng khi sự phụ thuộc của s_L vào m được xác minh. Nếu chưa xác minh, sử dụng ước lượng tổng hợp gắn với B và e trong Bảng 1.
e	$\hat{s}_r = a_r + b_r m$	a_r và b_r là các hệ số của quan hệ tuyến tính giả định giữa s_r và đáp ứng trung bình m , tương tự Công thức (11). Nếu trung bình của n_r phép lập hoàn chỉnh của phương pháp ^c được sử dụng trong thực tế trên cá thể thử thì độ không đảm bảo gắn với e trở thành $\hat{s}_r / \sqrt{n_r}$ Dạng này chỉ áp dụng khi sự phụ thuộc của s_r vào m được xác minh. Nếu chưa xác minh, sử dụng ước lượng tổng hợp gắn với B và e trong Bảng 1.

Bảng 2 (kết thúc)

Ảnh hưởng	Độ không đảm bảo chuẩn ^{a,b} gắn với y	Bình luận
B, e	$\hat{s}_R = bm$ hoặc $\hat{s}_R = a + bm$ hoặc $\hat{s}_R = cm^d$	a và b là các hệ số của quan hệ được thiết lập thích hợp giữa s_R và đáp ứng trung bình m , như quy định trong Công thức (10), (11) hoặc (12). Cần sử dụng ước lượng tổng hợp này thay cho các ước lượng riêng rẽ gắn với B và e trong Bảng 1 khi những sự phụ thuộc riêng rẽ của s_L và s_r vào m chưa được thiết lập.
x_i	$ c_i u(x_i)$	Xem Điều 8 và Phụ lục B.

^a Các độ không đảm bảo chuẩn này có cùng đơn vị với y . Chúng cũng có thể được trình bày theo số hạng tương đối (xem Chú thích cho Điều 10).

^b Dưới đây giả định sự phụ thuộc tuyến tính đơn giản của dạng trong Công thức (11).

^c Bản thân phương pháp có thể bắt buộc lặp lại; n , liên quan đến việc lặp lại của toàn bộ phương pháp bao gồm bất kỳ việc lặp lại nào như vậy.

12 Đánh giá độ không đảm bảo đối với kết quả tổng hợp

12.1 "Kết quả tổng hợp" Y được hình thành từ các kết quả y_i của một số thử nghiệm khác nhau, mỗi thử nghiệm được đặc trưng bởi nghiên cứu phối hợp. Ví dụ, tính toán về "hàm lượng thịt" thường bao gồm hàm lượng đạm, tính từ phép xác định nitơ, với hàm lượng chất béo và hàm lượng độ ẩm, mỗi loại được xác định bằng các phương pháp tiêu chuẩn khác nhau.

12.2 Độ không đảm bảo $u(y_i)$ đối với từng kết quả đóng góp y_i có thể thu được bằng cách sử dụng các nguyên tắc quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc trực tiếp bằng cách sử dụng Công thức (A.1) hoặc (A.2), khi thích hợp. Trường hợp, thường xảy ra, các giá trị đầu vào y_i là độc lập, độ không đảm bảo tổng hợp $u(Y)$ đối với kết quả $Y = g(y_1, y_2, \dots)$ được cho bởi Công thức (16).

$$u(Y) = \sqrt{\sum_i [c_i u(y_i)]^2} \quad (16)$$

Trường hợp các kết quả y_i không độc lập thì cần thực hiện việc bù trừ thích đáng cho sự tương quan bằng cách tham khảo GUM [sử dụng Công thức (A.2)].

13 Trình bày thông tin về độ không đảm bảo

13.1 Trình bày chung

Độ không đảm bảo có thể được thể hiện là độ không đảm bảo chuẩn $u(y_i)$ hoặc độ không đảm bảo mở rộng, $U(y) = ku(y)$, trong đó k là hệ số phủ (xem 13.2), theo các nguyên tắc của GUM. Cũng có thể

TCVN 10861:2015

thuận tiện nếu biểu thị độ không đảm bảo theo số hạng tương đối, ví dụ như hệ số biến động hoặc độ không đảm bảo mở rộng được thể hiện là phần trăm của kết quả được báo cáo.

13.2 Chọn hệ số phủ

13.2.1 Quy định chung

Trong việc ước lượng độ không đảm bảo mở rộng tổng hợp, những xem xét dưới đây có liên quan đến việc chọn hệ số phủ k .

13.2.2 Mức tin cậy mong muốn

Đối với hầu hết các mục đích thực tiễn, độ không đảm bảo mở rộng tổng hợp cần được đưa ra gần tương ứng với mức tin cậy 95 %. Tuy nhiên, việc chọn mức tin cậy chịu ảnh hưởng của nhiều yếu tố, bao gồm cả mức độ rủi ro của việc áp dụng và hệ quả của các kết quả không đúng. Những yếu tố này, cùng với mọi hướng dẫn hay yêu cầu pháp lý liên quan đến việc áp dụng, cần được xem xét thích đáng khi lựa chọn k .

13.2.3 Bậc tự do gắn với ước lượng

13.2.3.1 Đối với hầu hết các mục đích thực tiễn, khi đòi hỏi mức tin cậy xấp xỉ 95 % và bậc tự do trong những đóng góp chủ yếu vào độ không đảm bảo là lớn (> 10), việc chọn $k = 2$ sẽ cung cấp một chỉ số đủ tin cậy của phạm vi giá trị có thể có. Tuy nhiên, có những tình huống trong đó điều này có thể dẫn đến việc ước lượng thấp đáng kể, đặc biệt khi một hoặc nhiều số hạng quan trọng trong Công thức (14) được ước lượng với ít hơn 7 bậc tự do.

13.2.3.2 Khi một số hạng $u_i(y)$ như vậy với bậc tự do ν_i là có ưu thế hơn [mức chỉ thị là $u_i(y) \geq 0,7 u(y)$] thì việc lấy bậc tự do hiệu dụng ν_{eff} gắn với $u(y)$ là ν_i thường là đủ.

13.2.3.3 Khi nhiều số hạng quan trọng xấp xỉ bằng nhau và tất cả đều có số bậc tự do hạn chế (nghĩa là $\nu_i \ll 10$) thì áp dụng công thức Welch-Satterthwaite [Công thức (17)] để có được bậc tự do hiệu dụng ν_{eff}

$$\frac{u^4(y)}{\nu_{\text{eff}}} = \sum_{i=1}^N \frac{u_i^4(y)}{\nu_i} \quad (17)$$

Khi đó, giá trị của k được chọn từ ν_{eff} bằng cách sử dụng giá trị hai phía tương ứng của thống kê t Student đối với mức tin cậy yêu cầu và bậc tự do ν_{eff} . Thường sẽ an toàn nhất nếu làm tròn các giá trị ν_{eff} không nguyên xuống giá trị nguyên thấp hơn gần nhất.

CHÚ THÍCH: Trong nhiều lĩnh vực đo lường và thử nghiệm, tần số của các giá trị bất thường theo nghĩa thống kê là đủ cao so với kỳ vọng từ phân bố chuẩn để đảm bảo sự thận trọng đặc biệt trong việc ngoại suy tới các mức tin cậy cao ($> 95\%$) mà không hiểu biết về phân bố liên quan.

14 So sánh thể hiện hiệu năng phương pháp và dữ liệu độ không đảm bảo

14.1 Giả định cơ bản của việc so sánh

Việc đánh giá độ không đảm bảo đo theo tiêu chuẩn này sẽ cung cấp độ không đảm bảo chuẩn mà, trong khi trước tiên dựa vào ước lượng độ tái lập hoặc độ chụm trung gian, có xét đến các yếu tố không thay đổi trong quá trình nghiên cứu được các ước lượng độ chụm này lấy làm cơ sở. Về nguyên tắc, độ không đảm bảo chuẩn $u(y)$ thu được cần giống với kết quả hình thành từ mô hình toán học chi tiết của quá trình đo. Việc so sánh giữa hai ước lượng riêng rẽ, nếu có sẵn, hình thành một kiểm nghiệm hữu ích về độ tin cậy của một trong hai ước lượng. Khuyến nghị sử dụng quy trình kiểm nghiệm trong 14.2.

Tuy nhiên, chú ý là quy trình dựa trên hai giả định quan trọng.

- Một là, tuy độ không đảm bảo chuẩn $u(y)$ với bậc tự do hiệu dụng ν_{eff} được ước lượng, nó tuân theo phân bố thông thường có độ lệch chuẩn s với $n - 1$ bậc tự do [nghĩa là $(n - 1)(s^2/\sigma^2)$ được phân bố theo χ^2 với $n - 1$ bậc tự do]. Giả định này cho phép việc sử dụng phép kiểm nghiệm F thông thường. Tuy nhiên, vì độ không đảm bảo tổng hợp có thể bao gồm những độ không đảm bảo gắn với các số hạng từ nhiều phân bố khác nhau, và những số hạng có phương sai khác nhau, nên kiểm nghiệm cần được xem như dạng chỉ thị và mức tin cậy hàm ý cần được xem xét thận trọng.
- Hai là, hai độ không đảm bảo được so sánh là hoàn toàn độc lập. Điều này cũng khó xảy ra trong thực tế, vì một số yếu tố có thể chung cho cả hai ước lượng. (Một ảnh hưởng khó phát hiện hơn là xu hướng đánh giá về độ không đảm bảo bị ảnh hưởng bởi hiệu năng liên phòng thí nghiệm đã biết; giả định rằng có sự chú ý thích đáng để tránh ảnh hưởng này.) Khi các yếu tố quan trọng là chung cho hai ước lượng độ không đảm bảo, hai ước lượng rõ ràng sẽ tương tự nhau hơn so với thường thấy. Trong những trường hợp như vậy, kiểm nghiệm dưới đây không tìm được khác biệt đáng kể, kết quả không nên lấy làm bằng chứng chắc chắn cho độ tin cậy của mô hình đo.

14.2 Quy trình so sánh

So sánh hai ước lượng $u(y)_1$ và $u(y)_2$, được chọn sao cho $u(y)_1$ là ước lượng lớn hơn, với bậc tự do hiệu dụng tương ứng là ν_1 và ν_2 , sử dụng mức tin cậy α (ví dụ đối với mức tin cậy 95 %, $\alpha = 0,05$), như dưới đây.

- a) Tính $F = [u(y)_1 / u(y)_2]^2$.
- b) Tra bảng, hoặc tìm qua phần mềm, giá trị tới hạn một phía trên $F_{\text{tới hạn}} = F(\alpha/2, \nu_1, \nu_2)$. Khi giá trị trên và dưới được cho trước, lấy giá trị trên, giá trị này luôn lớn hơn 1.
- c) Nếu $F > F_{\text{tới hạn}}$, thì $u(y)_1$ cần được coi là lớn hơn nhiều so với $u(y)_2$.

14.3 Lý do khác biệt

Có thể có nhiều nguyên nhân cho sự khác biệt đáng kể giữa các ước lượng độ không đảm bảo tổng

TCVN 10861:2015

hợp. Các nguyên nhân này bao gồm:

- những khác biệt thực tế về hiệu năng giữa các phòng thí nghiệm;
- mô hình không tính được hết tất cả các ảnh hưởng quan trọng tới phép đo;
- ước lượng quá cao hoặc quá thấp của một đóng góp quan trọng vào độ không đảm bảo.

Phụ lục A

(tham khảo)

Cách tiếp cận ước lượng độ không đảm bảo**A.1 Cách tiếp cận theo GUM**

Hướng dẫn trình bày độ không đảm bảo đo (GUM) cung cấp phương pháp luận cho việc đánh giá độ không đảm bảo đo gắn với kết quả y từ một mô hình quá trình đo. Phương pháp luận GUM dựa trên những khuyến nghị của Viện Cân Đo quốc tế (BIPM), đôi khi còn được gọi là *Khuyến nghị INC-1* (1980). Những khuyến nghị này trước tiên thừa nhận rằng các đóng góp vào độ không đảm bảo có thể được đánh giá bằng phân tích thống kê dãy các quan trắc ("Đánh giá Loại A") hoặc bằng cách bất kỳ khác ("Đánh giá Loại B"), ví dụ bằng cách sử dụng dữ liệu về mẫu chuẩn được công bố hoặc độ không đảm bảo đo chuẩn hoặc, khi cần, sự đánh giá chuyên môn. Những đóng góp riêng, tuy được đánh giá, được biểu thị dưới dạng độ lệch chuẩn, và khi cần, được kết hợp như vậy.

Việc thực hiện các khuyến nghị của BIPM trong GUM bắt đầu với mô hình đo có dạng $y = f(x_1, x_2, \dots, x_N)$ liên hệ kết quả đo y với các đại lượng đầu vào x_i . Sau đó GUM đưa ra độ không đảm bảo $u(y)$ đối với trường hợp các đại lượng đầu vào độc lập như xác định trong Công thức (A.1):

$$u(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N c_i^2 u^2(x_i)} \quad (\text{A.1})$$

trong đó

c_i là hệ số độ nhạy được đánh giá từ $c_i = \partial y / \partial x_i$, đạo hàm riêng của y đối với x_i

$u(x_i)$ và $u(y)$ là độ không đảm bảo chuẩn (nghĩa là, độ không đảm bảo đo trình bày dưới dạng độ lệch chuẩn) tương ứng của x_i và y .

Trường hợp các đại lượng đầu vào không độc lập, mối quan hệ sẽ phức tạp hơn, như xác định trong Công thức (A.2):

$$u(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N c_i^2 u^2(x_i) + \sum_{i=1}^N \sum_{j=1, i \neq j}^N c_i c_j u(x_i, x_j)} \quad (\text{A.2})$$

trong đó

$u(x_i, x_j)$ là hiệp phương sai giữa x_i và x_j

c_i và c_j là hệ số độ nhạy như mô tả trong Công thức (A.1).

TCVN 10861:2015

Trên thực tế, hiệp phương sai thường liên quan đến hệ số tương quan r_{ij} như xác định trong Công thức (A.1).

$$u(x_i, x_j) = u(x_i)u(x_j) r_{ij} \quad (\text{A.3})$$

trong đó $-1 \leq r_{ij} \leq 1$.

Trong trường hợp liên quan đến tính phi tuyến mạnh trong mô hình đo, Công thức (A.1) được mở rộng để bao gồm các số hạng bậc cao hơn; vấn đề này được đề cập chi tiết hơn trong GUM.

Sau khi tính toán độ không đảm bảo chuẩn tổng hợp bằng cách sử dụng Công thức (A.1) đến (A.3), độ không đảm bảo mở rộng được tính bằng cách nhân $u(y)$ với hệ số phủ k , được chọn trên cơ sở bậc tự do được ước lượng cho $u(y)$. Điều này được đề cập chi tiết ở Điều 13.

Nói chung, cách tiếp cận GUM hàm ý là các đại lượng đầu vào được đo hoặc được ấn định. Tương hợp các ảnh hưởng phát sinh chưa được xác định bằng các đại lượng đo được (như ảnh hưởng của người thao tác) thì sẽ thích hợp nếu hình thành độ không đảm bảo chuẩn tổng hợp $u(x_i)$ tính đến những ảnh hưởng như vậy hoặc đưa thêm các biến bổ sung vào biểu thức $f(x_1, x_2, \dots, x_N)$.

Do tập trung vào các đại lượng đầu vào riêng biệt nên cách tiếp cận này đôi khi còn được gọi là cách tiếp cận đánh giá độ không đảm bảo "từ dưới lên".

Việc giải thích $u(y)$ về mặt vật lý hoàn toàn không đơn giản, vì nó có thể bao gồm các số hạng được ước lượng bằng đánh giá và theo đó tốt nhất là có thể xem $u(y)$ đặc trưng cho hàm về "mức tin tưởng" mà trên thực tế có thể quan sát được hoặc không quan sát được. Tuy nhiên, cách giải thích vật lý (đơn giản hơn được đưa ra bằng cách lưu ý rằng việc tính toán được thực hiện để có được $u(y)$ thực tế dẫn đến độ lệch chuẩn, độ lệch chuẩn này sẽ thu được nếu tất cả các biến đầu vào thực sự thay đổi ngẫu nhiên theo cách thức được mô tả bởi phân bố giá định của chúng. Về nguyên tắc, điều này có thể quan sát và đo được trong những điều kiện mà tất cả các đại lượng đầu vào được xem là thay đổi ngẫu nhiên.

A.2 Cách tiếp cận nghiên cứu phối hợp

A.2.1 Mô hình cơ sở

Thiết kế, tổ chức và xử lý thống kê nghiên cứu phối hợp được mô tả chi tiết trong các tiêu chuẩn từ Phần 1 đến Phần 6 của bộ TCVN 6910 (ISO 5725). Mô hình đơn giản nhất cho xử lý thống kê các dữ liệu nghiên cứu phối hợp được cho trong Công thức (A.4) [sử dụng cùng ký hiệu như trong TCVN 6910 (ISO 5725)]:

$$y = m + B + e \quad (\text{A.4})$$

trong đó:

m là kỳ vọng của y ;

- B là thành phần độ chệch phòng thí nghiệm trong điều kiện lặp lại, giả định được phân bố chuẩn với độ lệch chuẩn σ_L ;
- e là sai số ngẫu nhiên trong điều kiện lặp lại, giả định được phân bố chuẩn với độ lệch chuẩn σ_w .

Ngoài ra, B và e được giả định là không tương quan.

Việc áp dụng Công thức (A.10) cho mô hình đơn giản này dẫn đến Công thức (A.5) cho một kết quả đơn lẻ y :

$$u^2(y) = u^2(B) + u^2(e) \quad (\text{A.5})$$

Chú ý là σ_L^2 và σ_w^2 là các phương sai tương ứng gắn với B và e và chúng được ước lượng bằng phương sai giữa các phòng thí nghiệm s_L^2 và phương sai lặp lại s_r^2 thu được trong nghiên cứu liên phòng, như vậy $u(B) = s_L$ và $u(e) = s_r$, dẫn đến Công thức (A.6) cho độ không đảm bảo chuẩn tổng hợp $u(y)$ gắn với kết quả:

$$u^2(y) = s_L^2 + s_r^2 \quad (\text{A.6})$$

So sánh với TCVN 6910-2:2001 (ISO 5725-2:1994), Công thức (A.6) chính là độ lệch chuẩn tái lập được ước lượng s_R .

Vi cách tiếp cận này tập trung vào hiệu năng của phương pháp hoàn chỉnh nên đôi khi còn được gọi là cách tiếp cận "từ trên xuống".

Chú ý là mỗi phòng thí nghiệm tính ước lượng của m từ công thức $y = f(x_1, x_2, \dots)$ được giả định là ước lượng tốt nhất của phòng thí nghiệm về giá trị của đại lượng đo y . Lúc này, nếu $y = f(x_1, x_2, \dots)$ là mô hình đo hoàn chỉnh dùng để mô tả tính chất của hệ thống đo, thì kỳ vọng là các biến động được đặc trưng bằng s_L và s_r phát sinh từ biến thiên của các đại lượng x_1, \dots, x_n . Nếu giả định rằng điều kiện tái lập cung cấp cho sự biến thiên ngẫu nhiên trong tất cả các đại lượng ảnh hưởng quan trọng và tính đến việc giải thích về $u(y)$ nêu trên, sẽ dẫn đến $u(y)$ trong Công thức (A.6) là ước lượng của $u(y)$ như mô tả bởi Công thức (A.1) hoặc (A.2).

Theo đó, nguyên tắc đầu tiên làm cơ sở cho tiêu chuẩn này là *độ lệch chuẩn tái lập thu được trong nghiên cứu phối hợp là cơ sở vững chắc cho việc đánh giá độ không đảm bảo đo*.

A.2.2 Kết hợp dữ liệu độ đúng

Độ đúng thường được đo như độ chệch đối với một giá trị quy chiếu được thiết lập. Trong một số nghiên cứu phối hợp, độ đúng của phương pháp đối với một hệ thống đo cụ thể (thường là hệ SI) được kiểm tra bằng nghiên cứu về mẫu chuẩn được chứng nhận (CRM) hoặc chuẩn đo lường có giá trị được chứng nhận $\hat{\mu}$ biểu thị theo đơn vị của hệ thống đó [TCVN 6910-4:2001 (ISO 5725-4:1994)]. Mô hình thống kê thu được được xác định bởi Công thức (A.7):

$$y = \hat{\mu} + \delta + B + e \quad (\text{A.7})$$

trong đó:

$\hat{\mu}$ là giá trị quy chiếu;

δ là "độ chệch phương pháp".

Nghiên cứu phối hợp sẽ dẫn đến độ chệch đo được δ với độ lệch chuẩn gắn với s_{δ} được tính như xác định trong Công thức (A.8):

$$s_{\delta} = \sqrt{\frac{s_R^2 - (1 - 1/n)s_r^2}{p}} \quad (\text{A.8})$$

trong đó:

p là số phòng thí nghiệm;

n là số lần lặp trong từng phòng thí nghiệm.

Độ không đảm bảo $u(\delta)$ gắn với độ chệch đó được cho bởi Công thức (A.9):

$$u^2(\delta) = s_{\delta}^2 + u^2(\hat{\mu}) \quad (\text{A.9})$$

trong đó $u(\hat{\mu})$ là độ không đảm bảo gắn với giá trị được chứng nhận $\hat{\mu}$ dùng cho ước lượng độ đúng trong nghiên cứu phối hợp.

Trường hợp độ chệch ước lượng trong quá trình thử được bao gồm trong tính toán các kết quả trong phòng thí nghiệm, độ không đảm bảo gắn với độ chệch ước lượng, nếu lớn, cần được bao gồm trong bảng thành phần độ không đảm bảo.

A.2.3 Các ảnh hưởng khác – Mô hình kết hợp

Trên thực tế, s_R và $u(\delta)$ không nhất thiết bao gồm độ biến động trong tất cả các ảnh hưởng tác động đến kết quả đo. Một số yếu tố quan trọng bị bỏ qua do tính chất của nghiên cứu phối hợp, và một số có thể không có hoặc bị ước lượng thấp do ngẫu nhiên hoặc thiết kế. Nguyên tắc thứ hai mà tiêu chuẩn này lấy làm cơ sở là các ảnh hưởng không quan sát được trong bối cảnh nghiên cứu phối hợp phải được chứng minh là không đáng kể hoặc được cho phép rõ ràng.

Việc này được thực hiện đơn giản nhất bằng cách xem xét các ảnh hưởng của độ lệch x'_i so với giá trị danh nghĩa x_i yêu cầu để đưa ra ước lượng y và giá định tính xấp xỉ tuyến tính của ảnh hưởng. Khi đó, mô hình kết hợp được xác định trong Công thức (A.10):

$$y = \hat{\mu} + \delta + B + \sum c_i x'_i + e \quad (\text{A.10})$$

trong đó số hạng tổng bao quát tất cả các ảnh hưởng ngoài những ảnh hưởng được thể hiện bởi B , δ và e .

Ví dụ về các ảnh hưởng như vậy có thể bao gồm ảnh hưởng của việc lấy mẫu, chuẩn bị cá thể thử và biến động về thành phần hoặc loại cá thể thử riêng biệt. Nói một cách chặt chẽ, đây là dạng tuyến tính

hóa của mô hình tổng quát nhất, khi cần, có thể kết hợp các số hạng bậc cao hơn hoặc các số hạng tương quan đúng như mô tả trong GUM.

Chú ý là sự tập trung vào x'_i không ảnh hưởng đến $u(x_i)$, do vậy $u(x'_i) = u(x_i)$, theo đó độ không đảm bảo gắn với y ước lượng từ Công thức (A.10) được cho bởi Công thức (A.11):

$$u^2(y) = s_L^2 + s_T^2 + u^2(\delta) + \sum c_i^2 u^2(x_i) \quad (\text{A.11})$$

trong đó tổng được giới hạn ở những ảnh hưởng không được bao trùm bởi các số hạng khác.

Trong bối cảnh đánh giá hiệu năng phương pháp, có thể lưu ý ở đây là điều kiện độ chụm trung gian cũng có thể được mô tả bởi Công thức (A.10), mặc dù số lượng số hạng trong tổng sẽ lớn hơn tương ứng vì sẽ có ít biến dự kiến thay đổi ngẫu nhiên trong điều kiện trung gian hơn so với trong điều kiện tái lập. Tuy nhiên, nhìn chung, Công thức (A.10) áp dụng cho mọi điều kiện độ chụm chịu sự kết hợp phù hợp của các ảnh hưởng nằm trong tổng. Tất nhiên, trong trường hợp đặc biệt, khi các điều kiện dẫn đến các số hạng s_r và s_L bằng "không" và độ không đảm bảo trong độ chệch tổng thể không được xác định, Công thức (A.11) trở thành giống hệt Công thức (A.1).

Có hai hệ quả.

- Thứ nhất, cần chứng minh rằng dữ liệu định lượng sẵn có từ nghiên cứu phối hợp liên quan trực tiếp đến kết quả thử đang xét.
- Thứ hai, ngay cả khi dữ liệu nghiên cứu phối hợp có liên quan trực tiếp thì các nghiên cứu và các cho phép bổ sung có thể là cần thiết để xác minh ước lượng độ tin cậy có hiệu lực, có sự cho phép thỏa đáng đối với các ảnh hưởng bổ sung [x'_i trong Công thức (A.10)]. Giả định rằng sẽ áp dụng Công thức (A.1) khi cho phép các ảnh hưởng bổ sung.

Cuối cùng, trong việc khẳng định rằng có thể thu được ước lượng độ không đảm bảo đo một cách tin cậy từ việc xem xét dữ liệu độ lặp lại, độ tái lập và độ đúng thu được từ các quy trình trong tất cả các phần của bộ TCVN 6910 (ISO 5725), tiêu chuẩn này đưa ra các giả định tương tự như TCVN 6910 (ISO 5725).

- a) Trường hợp dữ liệu độ tái lập được sử dụng, giả định rằng tất cả các phòng thí nghiệm đều thực hiện giống nhau. Đặc biệt, độ chụm lặp lại của họ đối với một cá thể thử đã cho là giống nhau, và thành phần độ chệch phòng thí nghiệm [(thể hiện bởi số hạng B trong Công thức (A.10)] được rút ra từ cùng một tổng thể như được lấy mẫu trong nghiên cứu phối hợp.
- b) Vật liệu thử phân phối trong nghiên cứu là thuần nhất và ổn định.

A.3 Mối quan hệ giữa các cách tiếp cận

Thảo luận ở trên mô tả hai cách tiếp cận đánh giá độ không đảm bảo khác biệt rõ rệt. Một là, cách tiếp cận GUM, dự đoán độ không đảm bảo dưới dạng phương sai trên cơ sở các phương sai gắn với các đầu vào của một mô hình toán học. Cách tiếp cận còn lại sử dụng thực tế là, nếu cùng các ảnh hưởng

TCVN 10861:2015

thay đổi một cách điển hình trong quá trình nghiên cứu độ tái lập thì phương sai quan sát được là ước lượng trực tiếp của cùng một độ không đảm bảo. Trên thực tế, giá trị độ không đảm bảo tìm được bằng cách tiếp cận khác nhau sẽ khác nhau vì nhiều lý do, bao gồm

- a) mô hình toán học không đầy đủ (nghĩa là sự có mặt các ảnh hưởng chưa biết);
- b) sự biến động không đầy đủ hoặc không đại diện của tất cả các ảnh hưởng trong quá trình đánh giá độ tái lập.

Vì vậy, việc so sánh hai ước lượng khác nhau sẽ hữu ích như một đánh giá tính hoàn thiện của mô hình đo. Tuy nhiên, chú ý là độ lặp lại quan sát được hoặc ước lượng độ chụm khác nào đó rất hay được lấy làm một đóng góp riêng rẽ vào độ không đảm bảo, ngay cả trong cách tiếp cận GUM. Tương tự, những ảnh hưởng riêng thường tối thiểu là được kiểm tra về mức ý nghĩa hoặc định lượng trước khi đánh giá độ tái lập. Do đó, các ước lượng độ không đảm bảo thực tế thường sử dụng một số yếu tố của cả hai cách tiếp cận.

Khi ước lượng độ không đảm bảo được đưa ra với một kết quả để hỗ trợ việc giải thích, điều quan trọng là những thiếu hụt trong mỗi cách tiếp cận được bù đắp. Trên thực tế, khả năng không hoàn chỉnh của mô hình thường được giải quyết bằng việc đưa ra các ước lượng vừa phải, bổ sung thêm các cho phép đối với độ không đảm bảo của mô hình. Trong tiêu chuẩn này, khả năng biến động không đầy đủ của các ảnh hưởng đầu vào được giải quyết bằng việc đánh giá các ảnh hưởng bổ sung. Điều này có nghĩa là một cách tiếp cận hỗn hợp, kết hợp các yếu tố của cách đánh giá "từ trên xuống" và "từ dưới lên".

Phụ lục B

(tham khảo)

Đánh giá độ không đảm bảo thực nghiệm**B.1 Quy trình thực tế để ước lượng hệ số độ nhạy**

Khi đại lượng đầu vào x_i có thể thay đổi liên tục trong suốt một khoảng thích hợp, sẽ thuận tiện nếu nghiên cứu trực tiếp ảnh hưởng của những thay đổi như vậy. Quy trình đơn giản, giả định thay đổi của kết quả theo x_i là xấp xỉ tuyến tính, được đề cập dưới đây.

- Chọn một khoảng thích hợp mà biến x_i thay đổi trong khoảng đó, biến cần có trung bình bằng ước lượng tốt nhất (hoặc ở giá trị xác định bởi phương pháp).
- Tiến hành quy trình đo hoàn chỉnh (hoặc phần của quy trình chịu ảnh hưởng bởi x_i) tại từng mức trong số năm hoặc nhiều hơn năm mức x_{i1} , với phép lặp nếu cần.
- Khớp mô hình tuyến tính với các kết quả, sử dụng x_i là trục hoành và kết quả đo ở trục tung.
- Sử dụng độ dốc của đường thẳng tìm được làm hệ số c_i trong Công thức (A.1) hoặc Công thức (14).

Cách tiếp cận này có thể cho thấy hệ số độ nhạy khác nhau đối với cá thể thử khác nhau. Đây có thể là một ưu điểm trong nghiên cứu toàn diện một cá thể hoặc lớp cá thể thử cụ thể. Tuy nhiên, khi hệ số độ nhạy được áp dụng cho một phạm vi rộng các trường hợp khác nhau thì điều quan trọng là xác minh rằng các cá thể khác nhau thể hiện đủ giống nhau.

B.2 Quy trình đơn giản để đánh giá độ không đảm bảo do ảnh hưởng ngẫu nhiên

Khi đại lượng đầu vào x_j không liên tục và/hoặc không dễ kiểm soát, độ không đảm bảo gắn với nó có thể suy ra từ phân tích thực nghiệm, trong đó biến thay đổi ngẫu nhiên. Ví dụ, loại đất trong phân tích môi trường có thể có những ảnh hưởng không thể dự đoán được lên các hạn định phân tích. Khi sai số ngẫu nhiên gần như độc lập với mức của đại lượng quan tâm, thì có thể kiểm tra độ phân tán của sai số phát sinh từ những biến động như vậy, sử dụng loạt các cá thể thử đã có sẵn một giá trị xác định hoặc khi một thay đổi đã biết được tạo ra.

Khi đó, quy trình tổng quát như dưới đây.

- Tiến hành phép đo hoàn chỉnh trên các cá thể thử được chọn đại diện, lặp lại, trong điều kiện lặp lại, sử dụng số phép lặp bằng nhau cho mỗi cá thể.
- Đối với từng quan sát, tính chênh lệch so với giá trị đã biết.

TCVN 10861:2015

- c) Phân tích kết quả (phân loại theo đại lượng quan tâm) bằng ANOVA, sử dụng tổng các bình phương thu được để tạo thành ước lượng thành phần phương sai trong nhóm s_w^2 và thành phần phương sai liên nhóm s_b^2 . Độ không đảm bảo chuẩn $u(x_j)$ phát sinh từ biến động của x_j bằng s_{b_j} .

CHÚ THÍCH: Khi các cá thể thử hoặc các lớp cá thể thử khác nhau phản ứng khác nhau với đại lượng liên quan (nghĩa là tương tác đại lượng và lớp cá thể thử), thì sự tương tác sẽ làm tăng giá trị của s_b . Xử lý cụ thể trong tình huống này nằm ngoài phạm vi của tiêu chuẩn này.

Phụ lục C (tham khảo)

Ví dụ tính toán độ không đảm bảo

C.1 Đo cacbon monôxít (CO) trong khí thải ô tô

C.1.1 Giới thiệu

Trước khi đưa ra thị trường, ô tô chở khách được yêu cầu thử điển hình để kiểm tra xem loại phương tiện này có tuân thủ các yêu cầu quy định liên quan đến phát thải của động cơ và hệ thống xả khí cacbon monoxit gây ô nhiễm hay không. Giới hạn trên phê duyệt được quy định là 2,2 g/km. Phương pháp thử được mô tả trong Chỉ thị Châu Âu 70/220 trong đó có các quy định dưới đây.

- Chu trình lái (Euro 96) được cho là hàm của tốc độ (tính bằng km/h), thời gian (tính bằng s) và số được giải. Ô tô cần thử được đặt trên băng chạy quy định để thực hiện chu trình.
- Thiết bị đo là bộ phân tích CO quy định.
- Môi trường được kiểm soát bằng cách sử dụng tế bào quan trắc ô nhiễm quy định.
- Nhân sự đã được đào tạo theo quy định.

Thử, nghiệm sự phù hợp này có thể được thực hiện trong phòng thử nghiệm tại đơn vị sản xuất của nhà chế tạo ô tô hoặc một phòng thử nghiệm độc lập.

C.1.2 Dữ liệu nghiên cứu phối hợp

Trước khi chọn và sử dụng thường xuyên phương pháp thử này, cần đánh giá các yếu tố hoặc nguồn tác động đến kết quả của phương pháp thử (và kết quả là ảnh hưởng đến độ không đảm bảo của kết quả thử). Việc này được thực hiện từ các thực nghiệm tiến hành trong các phòng thử nghiệm khác nhau. Để kiểm soát phương pháp thử, thực nghiệm liên phòng được thiết kế và tiến hành theo TCVN 6910-2:2001 (ISO 5725-2:1994). Mục đích của thực nghiệm liên phòng này là để đánh giá độ chụm của phương pháp thử khi áp dụng thường xuyên trong một tập hợp các phòng thử nghiệm nhất định. Việc đánh giá độ chụm được thực hiện từ dữ liệu thu thập được trong thực nghiệm liên phòng, với phân tích thống kê tiến hành theo TCVN 6910-2:2001 (ISO 5725-2:1994). Nghiên cứu được tiến hành sao cho mọi bên tham gia thực hiện tất cả các quá trình cần thiết để tiến hành phép đo và tất cả các yếu tố ảnh hưởng liên quan được tính đến một cách phù hợp.

Kết quả thu được là độ lặp lại của các phòng thí nghiệm không khác biệt đáng kể và độ lệch chuẩn lặp lại của phương pháp thử có thể được ước lượng bằng 0,22 g/km. Độ lệch chuẩn tái lập của phương pháp thử có thể ước lượng bằng 0,28 g/km.

TCVN 10861:2015

C.1.3 Kiểm soát độ chệch

Việc đánh giá độ đúng (kiểm soát độ chệch theo giá trị quy chiếu) đặt ra câu hỏi về phương pháp luận và kỹ thuật. Không có "ô tô chuẩn" theo nghĩa một mẫu chuẩn; độ đúng theo đó phải được kiểm soát bằng việc hiệu chuẩn hệ thống thử nghiệm. Ví dụ, hiệu chuẩn thiết bị phân tích CO có thể được thực hiện với khí chuẩn và hiệu chuẩn băng chạy có thể được thực hiện đối với các đại lượng như thời gian, độ dài, tốc độ và gia tốc. Từ hiểu biết về tỷ lệ phát thải ở những tốc độ khác nhau và từ thông tin tương tự, có thể khẳng định là độ không đảm bảo gắn với các hiệu chuẩn này không dẫn đến đóng góp đáng kể của độ không đảm bảo đo gắn với kết quả đo (nghĩa là, tất cả độ không đảm bảo tính được đều nhỏ hơn nhiều so với độ lệch chuẩn tái lập). Theo đó, độ chệch được coi là được kiểm soát thích đáng.

C.1.4 Độ chụm

Các loạt thử nghiệm điển hình lặp lại của phòng thí nghiệm cho thấy rằng độ lặp lại xấp xỉ 0,20 g/km. Giá trị này nằm trong phạm vi độ lặp lại tìm được trong nghiên cứu liên phòng; theo đó, độ chụm được coi là được kiểm soát tốt.

C.1.5 Sự phù hợp của cá thể thử

Phạm vi của phương pháp xác minh sự phù hợp với tất cả các phương tiện trong phạm vi "ô tô chở khách". Trong khi hầu hết các phương tiện đạt được sự phù hợp tương đối dễ dàng và độ không đảm bảo có xu hướng nhỏ hơn ở mức phát thải thấp hơn, thì độ không đảm bảo lại quan trọng ở các mức gần với giới hạn quy định. Do đó, việc quyết định lấy độ không đảm bảo được ước lượng gần giới hạn quy định là ước lượng độ không đảm bảo hợp lý, và có phần thận trọng, đối với các mức phát thải CO thấp hơn. Chú ý là trường hợp thử nghiệm cho thấy phương tiện phát thải nhiều hơn đáng kể so với giới hạn thì có thể cần thực hiện các nghiên cứu độ không đảm bảo bổ sung nếu các so sánh là quan trọng. Tuy nhiên, trên thực tế, trong mọi trường hợp, phương tiện như vậy sẽ không được đưa ra bán nếu không sửa đổi.

C.1.6 Ước lượng độ không đảm bảo

Vì các nghiên cứu trước đó đã xác minh việc kiểm soát thỏa đáng độ chệch và độ chụm trong phòng thử nghiệm, và không có yếu tố nào nảy sinh từ các hoạt động không được thực hiện trong quá trình nghiên cứu phối hợp, nên độ lệch chuẩn tái lập được sử dụng cho việc ước lượng độ không đảm bảo, dẫn đến độ không đảm bảo mở rộng $U = 0,56$ g/km, viện dẫn hệ số phủ $k = 2$, hệ số phủ này cho mức tin cậy xấp xỉ 95 %.

CHÚ THÍCH: Việc giải thích kết quả với độ không đảm bảo trong lĩnh vực thử nghiệm sự phù hợp được xem xét trong TCVN 9597-1 (ISO 10576-1).

C.2 Xác định hàm lượng thật

C.2.1 Giới thiệu

Sản phẩm thịt được quy định để đảm bảo rằng hàm lượng thịt được công bố chính xác. Hàm lượng thịt được xác định là sự kết hợp của hàm lượng nitơ (chuyển đổi thành tổng lượng đạm) và hàm lượng chất béo. Ví dụ hiện tại cho thấy nguyên tắc kết hợp các đóng góp khác nhau vào độ không đảm bảo, bản thân mỗi đóng góp chủ yếu phát sinh từ ước lượng độ tái lập, như mô tả ở Điều 12.

C.2.2 Công thức cơ sở

Tổng hàm lượng thịt w_{thit} được xác định trong Công thức (C.1):

$$w_{thit} = w_{đạm} + w_{béo} \quad (C.1)$$

trong đó

$w_{đạm}$ là tổng hàm lượng đạm thịt, tính bằng phần trăm khối lượng;

$w_{béo}$ là tổng hàm lượng chất béo, tính bằng phần trăm khối lượng.

Hàm lượng đạm thịt $w_{đạm}$ được tính từ Công thức (C.2):

$$w_{đạm} = 100 w_{mN} / f_N \quad (C.2)$$

trong đó

f_N là hệ số nitơ cụ thể đối với nguyên liệu;

w_{mN} là tổng hàm lượng nitơ thịt.

Trong ví dụ này, w_{mN} giống như tổng hàm lượng nitơ w_{mN} , như được xác định bằng phân tích Kjeldahl.

C.2.3 Các bước thực nghiệm trong việc xác định hàm lượng thịt

Các bước thực nghiệm trong việc xác định hàm lượng thịt được nêu dưới đây.

- Xác định hàm lượng chất béo, $w_{béo}$.
- Xác định hàm lượng nitơ w_{mN} , sử dụng phương pháp Kjeldahl (trung bình của hai phép đo song song).
- Tính tổng hàm lượng đạm thịt $w_{đạm}$, sử dụng f_N [Công thức (C.2)].
- Tính tổng hàm lượng thịt w_{thit} [Công thức (C.1)].

C.2.4 Thành phần độ không đảm bảo

Thành phần độ không đảm bảo được xét là các thành phần gắn với từng đại lượng liệt kê trong C.2.3. Thành phần quan trọng nhất liên quan đến $w_{đạm}$, nó tạo thành trên 90 % khối lượng của w_{thit} . Độ không đảm bảo lớn nhất gắn với $w_{đạm}$ phát sinh từ:

- Độ không đảm bảo trong hệ số f_N do hiểu biết không đầy đủ về nguyên liệu;
- các biến động trong độ tái lập của phương pháp, giữa các loạt và trong hoạt động cụ thể một thời gian dài;

TCVN 10861:2015

- c) độ không đảm bảo gắn với độ chệch phương pháp;
- d) độ không đảm bảo trong hàm lượng chất béo $w_{béo}$.

CHÚ THÍCH: Các độ không đảm bảo a), b) và c) gắn với tương ứng với mẫu, phòng thí nghiệm và phương pháp. Thường sẽ thuận tiện nếu xem xét từng yếu tố trong ba yếu tố này khi xác định độ không đảm bảo tổng, cũng như mọi xem xét cần thiết về các bước riêng biệt trong quy trình này.

C.2.5 Đánh giá thành phần độ không đảm bảo

C.2.5.1 Độ không đảm bảo gắn với f_N

Độ không đảm bảo gắn với f_N có thể được ước lượng từ phạm vi giá trị công bố. Tài liệu tham khảo [22] đưa ra kết quả tóm tắt của nghiên cứu mở rộng về hệ số nitơ trong thịt bò, nó cho thấy sự biến động rõ ràng giữa các nguồn khác nhau và giữa các miếng thịt. Tài liệu tham khảo [22] cũng cho phép tính toán độ lệch chuẩn quan sát được đối với f_N bằng 0,052 và độ lệch chuẩn tương đối 0,014 đối với một phạm vi rộng các loại mẫu.

CHÚ THÍCH: Hệ số nitơ xác định trong Tài liệu tham khảo [22] sử dụng phương pháp Kjeldahl và được áp dụng phù hợp trực tiếp cho mục đích hiện tại.

C.2.5.2 Độ không đảm bảo gắn với w_{IN}

Thông tin trong hai thử nghiệm phối hợp^{[23],[24]} cho phép ước lượng độ không đảm bảo phát sinh từ sai số trong độ tái lập hoặc trong thực hiện phương pháp. Kiểm tra kỹ các điều kiện thử một mặt cho thấy rằng mỗi thử nghiệm được tiến hành trên một phạm vi rộng các loại mẫu với nhiều phòng thí nghiệm có năng lực đại diện, tốt, và thứ hai là độ lệch chuẩn tái lập s_R tương quan tốt với mức nitơ. Đối với cả hai thử nghiệm, đường phù hợp nhất được cho bởi $s_R = 0,021 w_{IN}$. Một nghiên cứu tương tự cũng cho thấy rằng độ lệch chuẩn lặp lại xấp xỉ tỷ lệ với w_{IN} , với $s_r = 0,018 w_{IN}$ và số hạng liên phòng $s_L = 0,011 w_{IN}$.

Phương pháp quy định mỗi phép đo được lặp lại hai lần và lấy trung bình. Số hạng độ lặp lại là ước lượng độ lặp lại của các kết quả đơn, do đó phải được hiệu chỉnh để tính đến ảnh hưởng của việc lấy trung bình hai kết quả trong phạm vi phòng thí nghiệm (xem bình luận liên quan đến s_r trong Bảng 1). Độ không đảm bảo $u(w_{IN})$ gắn với hàm lượng nitơ do đó là

$$u(w_{IN}) = w_{IN} \sqrt{s_L^2 + \frac{s_r^2}{2}} = w_{IN} \sqrt{0,011^2 + \frac{0,018^2}{2}} = 0,017 w_{IN} \quad (C.3)$$

Công thức (C.3) hình thành ước lượng tốt nhất của độ không đảm bảo trong w_{IN} phát sinh từ độ biến động hợp lý trong việc thực hiện phương pháp.

Giá trị độ lặp lại cũng được sử dụng như một chuẩn mực chấp nhận độ chụm của phòng thí nghiệm riêng lẻ; phương pháp quy định các kết quả cần bị bác bỏ nếu chênh lệch nằm ngoài khoảng tin cậy 95 % liên

quan (xấp xỉ bằng $1,96s_r\sqrt{2}$). Việc kiểm tra này đảm bảo rằng độ chụm trong phòng thí nghiệm đối với phòng thí nghiệm tiến hành phép thử là phù hợp với kết quả tìm được trong nghiên cứu phối hợp.

CHÚ THÍCH: Nếu việc kiểm tra này thường xuyên sai hơn khoảng 5 % lần thì nhiều khả năng là độ chụm không được kiểm soát đầy đủ và cần có hành động để điều chỉnh quy trình.

Một số xem xét cũng cần đưa ra đối với độ không đảm bảo gắn với w_{N} phát sinh từ độ chệch chưa biết trong phương pháp. Khi không có mẫu chuẩn tin cậy, việc so sánh với các phương pháp thay thế hoạt động trên các nguyên tắc khác biệt về cơ bản là một phương tiện ước lượng độ chệch đã được thiết lập. Việc so sánh giữa phương pháp Kjeldahl và phương pháp đốt cháy đối với tổng hàm lượng nitơ qua một loạt các loại mẫu khác nhau đưa ra chênh lệch là 0,01 w_{N} . Chênh lệch này nằm trong chuẩn mực của TCVN 8056 (ISO Guide 33) là $2\sigma_B$ [Công thức (4)], khẳng định rằng độ không đảm bảo gắn với độ chệch được tính đến một cách thỏa đáng trong số liệu độ tái lập.

C.2.5.3 Độ không đảm bảo gắn với $w_{\text{béo}}$

Dữ liệu thử nghiệm phối hợp bổ sung cho phân tích hàm lượng chất béo^[25] cung cấp ước lượng độ lệch chuẩn tái lập là 0,02 $w_{\text{béo}}$. Phân tích này được thực hiện một lần nữa giống như thế và kết quả chỉ được chấp nhận nếu chênh lệch nằm trong phạm vi giới hạn độ lặp lại tương ứng, đảm bảo rằng độ chụm phòng thí nghiệm được kiểm soát. Công việc kiểm tra xác nhận trước trên mẫu chuẩn phù hợp đối với việc xác định hàm lượng chất béo xác định rằng độ không đảm bảo gắn với độ chệch được tính đến một cách thỏa đáng bằng số liệu độ tái lập.

C.2.6 Độ không đảm bảo tổng hợp

Bảng C.1 thể hiện các giá trị riêng lẻ và độ không đảm bảo được tính bằng cách sử dụng các số liệu ở trên.

Bảng C.1 – Bảng thành phần độ không đảm bảo đối với hàm lượng thịt

Đại lượng	Giá trị của x_i % (tỷ khối)	$u(x_i)$	$u(x_i)/x_i$
Hàm lượng chất béo, $w_{\text{béo}}$	5,50	0,110	0,020
Hàm lượng nitơ, w_{mN}	3,29	0,056	0,017
Hệ số nitơ, f_{N}	3,65	0,052	0,014
Đạm thịt, $w_{\text{đạm}}$	90,1	$90,1 \times 0,022 = 1,98$	$\sqrt{0,017^2 + 0,014^2} = 0,022$
Hàm lượng thịt tổng, $w_{\text{thịt}}$	95,6	$\sqrt{1,98^2 + 0,110^2} = 1,98$	0,021

TCVN 10861:2015

Yêu cầu mức tin cậy xấp xỉ 95 %. Mức này có được nhờ nhân độ không đảm bảo chuẩn tổng hợp với hệ số phủ k bằng 2, cho độ không đảm bảo mở rộng U (làm tròn đến hai chữ số có nghĩa) trên hàm lượng thật là $U = 4,0 \%$, nghĩa là $w_{\text{tht}} = 95,6 \pm 4,0 \%$.

CHÚ THÍCH: "Hàm lượng thật" có thể vượt quá 100 % trong một số sản phẩm.

C.3 Độ không đảm bảo đối với phương pháp AOAC 990.12: Tổng số vi khuẩn hiếu khí

C.3.1 Giới thiệu

Phương pháp này là phương pháp vi sinh dùng để theo dõi hoạt động của vi sinh vật trong thực phẩm^[27]. Phương pháp này sử dụng đĩa cấy chứa môi trường dinh dưỡng khô và chất tạo đông tan được trong nước lạnh. Các mẫu được đưa vào đĩa cấy với tỷ lệ 1,0 ml trên mỗi đĩa và dàn đều trên một diện tích sinh trưởng khoảng 20 cm². Đĩa được ủ ấm rồi đếm khuẩn lạc. Đại lượng đo là số đơn vị hình thành khuẩn lạc tìm được. Đối với số đếm khác "không", đơn vị báo cáo quy ước là \log_{10} (số đếm), nghĩa là logarit cơ số 10 của số đơn vị hình thành khuẩn lạc (CFU) tìm được. Mong muốn có ước lượng độ không đảm bảo đối với ba nhóm thực phẩm: nhuyễn thể có vỏ, bột mì và rau.

Ví dụ ở đây dựa trên dữ liệu được công bố trong Tài liệu hướng dẫn A2LA 108 (A2LA G108, 2007)^[28], sử dụng với sự cho phép của Hiệp hội Công nhận phòng thử nghiệm Mỹ.

C.3.2 Dữ liệu nghiên cứu phối hợp

Phương pháp được xác nhận giá trị sử dụng bằng một nghiên cứu phối hợp sử dụng tám phòng thí nghiệm, sáu thực phẩm có mức độ nhiễm khuẩn khác nhau, mỗi thực phẩm hai mẫu, và hai lần lặp trên mỗi mẫu. Phân tích dữ liệu phù hợp với TCVN 6910-2 (ISO 5725-2), và nghiên cứu xác nhận giá trị sử dụng bao gồm tất cả các bước trong quá trình thử, ngoại trừ bước liên quan đến việc lựa chọn cỡ mẫu con chính xác (các mẫu để đo được cung cấp trong nghiên cứu phối hợp). Bảng C.2 trình bày các ước lượng độ lệch chuẩn tương đối lặp lại và tái lập được báo cáo cho ba thực phẩm liên quan đến yêu cầu đánh giá độ không đảm bảo, tính theo phần trăm.

Bảng C.2 – Dữ liệu nghiên cứu phối hợp lựa chọn đối với tổng số vi khuẩn hiếu khí

Thực phẩm	Độ lệch chuẩn tương đối tái lập %	Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại %
Tôm	11,1	9,8
Rau	9,2	6,3
Bột mì	5,8	5,3

Chú ý là tất cả dữ liệu độ lặp lại và độ tái lập đều được biểu thị như độ lệch chuẩn tương đối, so với giá trị quan trắc trung bình đối với \log_{10} (số đếm). Điều này thuận tiện cho phương pháp cụ thể này, nó nhằm chỉ ra độ phân tán gần tỷ lệ với mức và độ lệch chuẩn tương đối gần nhất quán.

C.3.3 Kiểm soát độ chệch

Để thiết lập xem độ chệch phòng thí nghiệm có nằm trong phạm vi kỳ vọng hay không, phòng thí nghiệm tiến hành nghiên cứu so sánh với phòng thí nghiệm quy chiếu. Kết quả đối với rau và tôm luôn nằm trong khoảng 10 % (tương ứng với $\Delta_i < 0,1 \bar{x}$, \bar{x} là trung bình của các quan trắc liên quan). So sánh với mẫu bột mì cho thấy các kết quả cách nhau 5 % (tương ứng với $\Delta_i \leq 0,05 \bar{x}$). Các độ lệch chuẩn này rõ ràng là phù hợp với độ lệch chuẩn tái lập; do đó, độ chệch được đánh giá là chấp nhận được.

C.3.4 Kiểm soát độ chụm

Để thiết lập xem độ chụm trong phòng thí nghiệm có nằm trong phạm vi kỳ vọng hay không, phòng thí nghiệm tạo ra các ước lượng của độ lệch chuẩn lặp lại với loạt 10 lần lặp. Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại đối với tất cả các thực phẩm là 5 % hoặc nhỏ hơn ($s_r < 0,05 \bar{x}$). Do đó, quyết định là độ lặp lại không chỉ chấp nhận được mà còn có thể tính độ tái lập được hiệu chỉnh thấp hơn, như mô tả trong 6.3.2. Độ lệch chuẩn tương đối tái lập sửa đổi được trình bày trong Bảng C.3.

Bảng C.3 – Dữ liệu nghiên cứu phối hợp lựa chọn đối với tổng số vi khuẩn hiếu khí

Thực phẩm	Độ lệch chuẩn tương đối tái lập %	Độ lệch chuẩn tương đối giữa các phòng thí nghiệm %	Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại %	Độ lệch chuẩn tương đối tái lập được hiệu chỉnh %
Tôm	11,1	5,2	5,0	7,2
Rau	9,2	6,7	5,0	8,4
Bột mì	5,8	2,4	5,0	5,5

C.3.5 Xác minh sự phù hợp của cá thể thử

C.3.5.1 Chuẩn bị mẫu và xử lý sơ bộ

Nghiên cứu phối hợp không bao gồm giai đoạn lấy mẫu. Khi xem xét thành phần bổ sung này, việc chuẩn bị mẫu (lấy mẫu con, cân) được ước lượng là đóng góp thêm 3,0 % vào độ không đảm bảo chuẩn tổng hợp (dựa trên ý kiến chuyên gia). Đóng góp này được bao gồm trong Bảng C.4.

C.3.5.2 Biến thiên độ không đảm bảo theo mức đáp ứng

Độ tái lập, độ lặp lại và đóng góp của các bước chuẩn bị mẫu bổ sung đều được cho là xấp xỉ tỷ lệ với tổng số vi khuẩn hiếu khí. Điều này gợi ý mô hình cơ sở có dạng của Công thức (10), trong đó hệ số b được đặt bằng độ lệch chuẩn tái lập tương đối được hiệu chỉnh và đóng góp bổ sung từ việc lấy mẫu được tính đến như một đóng góp tỷ lệ. Đây hoàn toàn tương đương với cách tiếp cận đơn giản về biểu thị tất cả các đóng góp vào độ không đảm bảo theo số hạng tương đối đã sử dụng ở trên.

C.3.6 Độ không đảm bảo chuẩn tổng hợp

Độ không đảm bảo chuẩn tổng hợp (biểu thị như độ lệch chuẩn tương đối) được tính cho từng loại thực phẩm như trình bày trong Bảng C.4.

Bảng C.4 – Độ lệch chuẩn tương đối tái lập được hiệu chỉnh

Thực phẩm	Độ lệch chuẩn tương đối giữa các phòng thí nghiệm %	Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại %	Đóng góp thêm vào độ không đảm bảo chuẩn từ việc chuẩn bị mẫu %	Độ không đảm bảo chuẩn tổng hợp $u(y)$ (biểu thị như độ lệch chuẩn tương đối, %)
Tôm	5,2	5,0	3,0	7,8
Rau	6,7	5,0	3,0	8,9
Bột mì	2,4	5,0	3,0	6,4

C.3.7 Độ không đảm bảo mở rộng

Độ không đảm bảo mở rộng được tính bằng cách sử dụng hệ số phủ 2, nó cho mức tin cậy xấp xỉ 95 %, để có độ không đảm bảo mở rộng bằng 15,6 %, 17,8 % và 12,8 % [tương ứng là phần (răm của \log_{10} (số đếm) quan sát được đối với nguyên liệu tôm, rau và bột mì].

C.3.8 Các xem xét bổ sung

Kết quả về tổng số vi khuẩn hiếu khí thường được tóm tắt là \log_{10} (số đếm). Tuy nhiên, đối với một cá thể thử đơn, sẽ hữu ích hơn khi thông báo một khoảng độ không đảm bảo mở rộng theo các đơn vị tổng số CFU. Đối với các đại lượng có độ không đảm bảo tính theo miền \log_{10} , tốt nhất là thực hiện cách tính độ không đảm bảo mở rộng theo miền \log_{10} như trong C.3.7 rồi sau đó chuyển đổi thành tổng số CFU. Việc này có thể được minh họa bằng việc tính khoảng độ không đảm bảo mở rộng cho nguyên liệu thử ở 150 CFU. Các tính toán liên quan được tổng hợp trong Bảng C.5.

Bảng C.5 – Độ lệch chuẩn tương đối tái lập được hiệu chỉnh

Thực phẩm	Độ không đảm bảo chuẩn (như là độ lệch chuẩn tương đối)	Độ không đảm bảo mở rộng (U) như là phần trăm của tổng số CFU	\log_{10} của 150 CFU	Độ không đảm bảo mở rộng theo \log_{10}	Khoảng độ không đảm bảo theo \log_{10} tổng số CFU	Khoảng độ không đảm bảo cuối cùng theo tổng số CFU
Tôm	7,8	15,6	2,176 1	0,339 5	1,836 6 đến 2,515 6	68 đến 328
Rau	8,9	17,8	2,176 1	0,387 3	1,788 8 đến 2,563 4	61 đến 366
Bột mì	6,4	12,8	2,176 1	0,278 5	1,897 6 đến 2,454 6	79 đến 285

C.4 Độ không đảm bảo đối với việc xác định chất xơ thô

C.4.1 Giới thiệu

Phương pháp này sử dụng để xác định chất xơ thô trong thức ăn chăn nuôi. Chất xơ thô được xác định là lượng chất hữu cơ không béo hòa tan được trong môi trường axit và môi trường kiềm. Hàm lượng chất xơ của thức ăn chăn nuôi thường nằm trong khoảng từ 2 % đến 12 %, biểu thị bằng tỷ khối.

C.4.2 Tính hàm lượng chất xơ

Hàm lượng chất xơ, $C_{xơ}$, là phần trăm mẫu theo khối lượng (nghĩa là, tỷ khối biểu thị bằng phần trăm, ký hiệu là "%" trong ví dụ này), được tính từ:

$$C_{xơ} = \frac{(m_s - m_{sa}) - (m_{bd} - m_{ba})}{m_s} \times 100 \quad (C.4)$$

trong đó

- m_s là khối lượng mẫu (xấp xỉ 1 g mẫu được lấy để phân tích), tính bằng gam;
- m_{sd} là khối lượng nồi nấu và mẫu sau khi sấy khô đến khối lượng không đổi, tính bằng gam;
- m_{sa} là khối lượng nồi nấu và mẫu sau khi tro hóa, tính bằng gam;
- m_{bd} là khối lượng nồi nấu trong thử với mẫu trắng sau khi sấy khô đến khối lượng không đổi ¹⁾, tính bằng gam;
- m_{ba} là khối lượng nồi nấu trong thử với mẫu trắng sau khi tro hóa, tính bằng gam.

Lưu đồ minh họa các bước chính trong phương pháp này được trình bày ở Hình C.1.

C.4.3 Dữ liệu nghiên cứu phối hợp

Phương pháp này là đối tượng của một loạt thử phối hợp theo TCVN 6910-2 (ISO 5725-2). Năm thực phẩm khác nhau đại diện cho hàm lượng chất xơ và chất béo điển hình được phân tích trong phép thử. Các bên tham gia thử nghiệm tiến hành tất cả các công đoạn của phương pháp, bao gồm cả nghiên cứu mẫu. Ước lượng độ lặp lại và độ tái lập thu được từ thử nghiệm được trình bày trong Bảng C.6.

¹⁾ Thử với mẫu trắng liên quan đến việc để nồi nấu rỗng trong toàn bộ các giai đoạn của phương pháp.

Bảng C.6 – Dữ liệu nghiên cứu phối hợp đối với chất xơ thô

Nguyên liệu thử	Hàm lượng chất xơ trung bình %	Độ lệch chuẩn tái lập (s_R) %	Độ lệch chuẩn tương đối tái lập %	Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r) %
A	2,3	0,293	0,127	0,198
B	12,1	0,563	0,046 5	0,358
C	5,4	0,390	0,072 2	0,264
D	3,4	0,347	0,102	0,232
E	10,1	0,575	0,056 9	0,391

C.4.4 Kiểm soát độ chệch

Để thiết lập xem độ chệch phòng thí nghiệm có nằm trong phạm vi kỳ vọng hay không, phòng thí nghiệm tiến hành nghiên cứu so sánh với mẫu chuẩn được chứng nhận bởi phương pháp đang đề cập (điều này là cần thiết vì đại lượng đo được xác định bằng viện dẫn đến phương pháp phân tích cụ thể). Giá trị được chứng nhận là 93 g/kg \pm 14 g/kg (9,3 %). Phòng thí nghiệm thu được giá trị 9,16 %, ứng với độ chệch phòng thí nghiệm $\Delta_i = -0,14$ %. Giá trị này hoàn toàn nằm trong khoảng có thể dự kiến từ độ lệch chuẩn tái lập ở mức gần 9 %. Độ không đảm bảo chuẩn trong giá trị được chứng nhận xấp xỉ bằng 0,07 g/kg (0,7 % theo tỷ khối); giá trị này cũng nhỏ so với độ lệch chuẩn tái lập ở các mức chất xơ tương tự trong Bảng C.6. Do đó, độ chệch được đánh giá là chấp nhận được.

C.4.5 Kiểm soát độ chụm

Như một phần của việc kiểm tra xác nhận phương pháp của phòng thí nghiệm, các thực nghiệm được tiến hành để đánh giá độ lặp lại (trong độ chụm của mẻ) đối với thực phẩm có các hàm lượng chất xơ tương tự như một số trong số các mẫu được phân tích trong thử nghiệm phối hợp. Các kết quả được tổng hợp trong Bảng C.7. So sánh với Bảng C.6 cho thấy rằng phòng thí nghiệm đạt được độ chụm rất giống với giá trị tìm được trong nghiên cứu phối hợp.

Bảng C.7 – Dữ liệu độ lặp lại đối với thử nghiệm chất xơ thô

Nguyên liệu thử	Hàm lượng chất xơ trung bình tìm được %	Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r) %
F	3,0	0,198
G	5,5	0,264
H	12,0	0,358

C.4.6 Biến thiên độ không đảm bảo theo mức đáp ứng

Độ lệch chuẩn lặp lại và tái lập trong Bảng C.6 tăng rõ rệt theo mức chất xơ thô. Tuy nhiên, cũng có bằng chứng về xu hướng của độ lệch chuẩn tương đối tái lập, tạo ra mô hình tỷ lệ đơn giản không thích hợp. Vì vậy, thay vào đó phòng thí nghiệm chọn độ không đảm bảo tại các mức xơ quan sát được khác nhau dựa trên độ tái lập tìm được ở các mức tương tự trong nghiên cứu phối hợp; ví dụ, đối với các mức xơ bằng hoặc dưới 2,5 % (tỷ khối), độ lệch chuẩn tái lập là 0,29 % (tỷ khối) được chọn từ Bảng C.6.

C.4.7 Các hệ số bổ sung

Phòng thí nghiệm thực hiện nghiên cứu thực nghiệm và nghiên cứu khác về tác động của các đại lượng ảnh hưởng khác nhau đến kết quả đối với các nguyên liệu thử điển hình. Ước lượng độ không đảm bảo thu được được trình bày trong Bảng C.8. Không có đóng góp nào là đáng kể ngoại trừ ảnh hưởng của việc sấy khô đến khối lượng không đổi. Độ không đảm bảo gắn với phần này của quá trình thu được từ quy định kỹ thuật về khối lượng không đổi do phòng thí nghiệm thiết lập; "khối lượng không đổi" không được xác định theo phương pháp tiêu chuẩn và phòng thí nghiệm chọn sử dụng phương pháp sấy khô thời gian cố định cho thấy đưa đến khối lượng cuối cùng trong khoảng 0,002 g của khối lượng thu được nhờ sấy khô kéo dài. Chia độ lệch chuẩn ước lượng lớn nhất này cho $\sqrt{3}$, ta được độ không đảm bảo ước lượng bằng 0,115 % (tỷ khối) chất xơ, giá định lấy 1 g mẫu để phân tích.

Bảng C.8 – Tác động của các đại lượng ảnh hưởng tới việc xác định chất xơ thô

Nguồn độ không đảm bảo	Giá trị	Độ không đảm bảo chuẩn	Độ không đảm bảo gắn với biểu thị như độ lệch chuẩn lặp lại	Nguồn thông tin
Khối lượng mẫu	1,0 g	0,000 20 g	0,000 20	Giấy chứng nhận hiệu chuẩn
Nồng độ axit	—	—	0,000 30	Dữ liệu công bố về thay đổi của hàm lượng chất xơ theo nồng độ axit
Nồng độ kiềm	—	—	0,000 48	Dữ liệu công bố về thay đổi của hàm lượng chất xơ theo nồng độ kiềm
Thời gian nấu axit	—	—	0,009 0	Dữ liệu công bố về thay đổi của hàm lượng chất xơ theo thời gian nấu
Thời gian nấu kiềm	—	—	0,007 2	Dữ liệu công bố về thay đổi của hàm lượng chất xơ theo thời gian nấu
Sấy khô đến khối lượng không đổi	—	0,001 15 g	—	Quy định kỹ thuật của phòng thí nghiệm về khối lượng không đổi
Nhiệt độ và thời gian hóa tro	—	Không đáng kể	—	Dữ liệu công bố – không có thay đổi đáng kể về hàm lượng chất xơ khi nhiệt độ và thời gian tro hóa thay đổi
Tổn hao khối lượng sau khi hóa tro trong quá trình thử với mẫu trắng	—	Không đáng kể	—	Nghiên cứu thực nghiệm

C.4.8 Độ không đảm bảo chuẩn tổng hợp

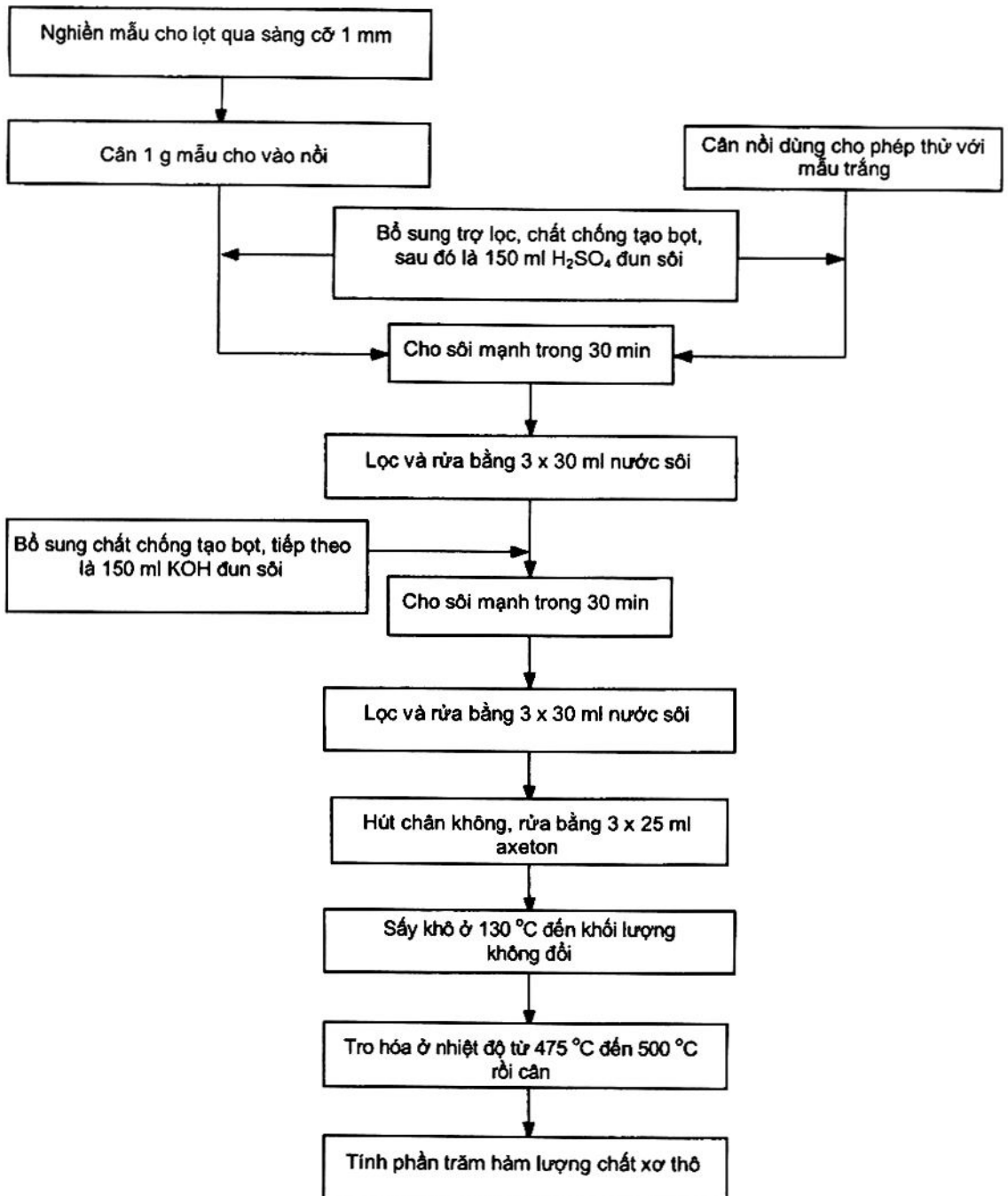
Vì độ không đảm bảo gắn với việc sấy khô đến khối lượng không đổi không tỷ lệ với mức chất xơ thô, nên không thể chọn một mô hình tỷ lệ đơn giản cho việc ước lượng độ không đảm bảo. Thay vào đó, sẽ thuận tiện khi ước lượng độ không đảm bảo gắn với các mức chất xơ thô điển hình. Độ không đảm bảo ước lượng ở các mức đại diện được trình bày trong Bảng C.9.

Bảng C.9 – Độ lệch chuẩn tương đối tái lập được hiệu chỉnh

Hàm lượng chất xơ %	Độ lệch chuẩn tương đối tái lập (s_R) %	Đóng góp thêm của việc sấy khô %	Độ không đảm bảo chuẩn tổng hợp $u(\nu)$ %
≤ 2,5	0,293	0,115	0,31
2,5 đến 5	0,390	0,115	0,41
5 đến 10	0,575	0,115	0,59

C.4.9 Độ không đảm bảo mở rộng

Độ không đảm bảo mở rộng được tính bằng cách sử dụng hệ số phủ 2, nó cho mức tin cậy xấp xỉ 95 %, để có độ không đảm bảo mở rộng bằng 0,6 %, 0,8 % và 1,2 % tương ứng cho dãy hàm lượng chất xơ khác nhau trong Bảng C.9.



Hình C.1 – Các hoạt động trong ước lượng chất xơ thô

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 8244-1 (ISO 3534-1), Thống kê học – Từ vựng và ký hiệu – Phần 1: Thuật ngữ chung về thống kê và thuật ngữ dùng trong xác suất
- [2] TCVN 8244-2:2010 (ISO 3534-2:2006), Thống kê học – Từ vựng và ký hiệu – Phần 2: Thống kê ứng dụng
- [3] ISO 3534-3, *Statistics – Vocabulary and symbols – Part 3: Design of experiments* (Thống kê học – Từ vựng và ký hiệu – Phần 3: Thiết kế thực nghiệm)
- [4] TCVN 6910-1:2001 (ISO 5725-1:1994), Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 1: Nguyên tắc và định nghĩa chung
- [5] TCVN 6910-2:2001 (ISO 5725-2:1994), 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
- [6] 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: Thước đo trung gian độ chụm của phương pháp đo tiêu chuẩn
- [7] TCVN 6910-4:2001 (ISO 5725-4:1994), 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
- [8] TCVN 6910-5:2002 (ISO 5725-5:1998), Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 5: Các phương pháp khác xác định độ chụm của phương pháp đo tiêu chuẩn
- [9] TCVN 6910-6:2002 (ISO 5725-6:1994), Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 6: Sử dụng giá trị độ chính xác trong thực tế
- [10] ISO/TR 7871:1997², *Cumulative sum charts – Guidance on quality control and analysis using CUSUM techniques* (Biểu đồ tổng tích lũy – Hướng dẫn kiểm soát chất lượng và phân tích bằng kỹ thuật CUSUM)
- [11] TCVN 7076:2002 (ISO 8258:1991)³, Biểu đồ kiểm soát Shewhart
- [12] TCVN 9597-1:2013 (ISO 10576-1:2003), Phương pháp thống kê – Hướng dẫn đánh giá sự phù hợp với yêu cầu quy định – Phần 1: Nguyên tắc chung

² Tiêu chuẩn này hiện đã bị hủy bỏ và thay thế bằng ISO 7870-4:2011 (TCVN 9945-4:2013), Biểu đồ kiểm soát – Phần 4: Biểu đồ tổng tích lũy.

³ Tiêu chuẩn này hiện đã bị hủy bỏ và thay thế bằng TCVN 9945-2:2013 (ISO 7870-2:2013), Biểu đồ kiểm soát – Phần 2: Biểu đồ kiểm soát Shewhart.

- [13] ISO 11648 (tất cả các phần), *Statistical aspects of sampling from bulk materials* (Các khía cạnh thống kê của lấy mẫu vật liệu dạng đồng)
- [14] TCVN 8056 (ISO Guide 33), *Sử dụng mẫu chuẩn được chứng nhận*
- [15] TCVN ISO/IEC 17025 (ISO/IEC 17025), *Yêu cầu chung về năng lực của phòng thử nghiệm và hiệu chuẩn*
- [16] TCVN 9595-3:2013 (ISO/IEC Guide 98-3:2008), *Độ không đảm bảo đo – Hướng dẫn trình bày độ không đảm bảo đo (GUM:1995)*
- [17] TCVN 6165:2009 (ISO/IEC Guide 99:2007), *Từ vựng quốc tế về đo lường học – Khái niệm, thuật ngữ chung và cơ bản (VIM)*
- [18] TCVN ISO/IEC 17043 (ISO/IEC 17043), *Đánh giá sự phù hợp – Yêu cầu chung đối với thử nghiệm thành thạo*
- [19] AFNOR FD X07-021 (October 1999), *Normes fondamentales – Métrologie et applications de la statistique – Aid à la démarche pour l'estimation et l'utilisation de l'incertitude des mesures et des resultats d'essais*
- [20] *Recommendation INC-1* (1980), BIPM (Khuyến nghị INC-1)
- [21] European Directive 70/220, *Measures to be taken against air pollution by emissions from motor vehicles* (Biện pháp nhằm chống ô nhiễm không khí do khí thải của ô tô)
- [22] KAARLS, R. *Proc.-Verbal Com. Int. Poids et Mesures*, 49, BIPM, 1981, pp.A.1-A.12

Tài liệu tham khảo dùng cho Ví dụ C.2

- [23] Analytical Methods Committee. *Analyst*, 118, 1993, p.1217
- [24] SHURE, B., CORRAO, P.A. GLOVER, A. and MALINOWSKI, A.J. *J. AOAC Int.*, 65, 1982, p.1339
- [25] KING-BRINK, M. and SEBRANEK J.G. *J. AOAC Int.*, 76, 1993, p.787
- [26] BREESE JONES, D. *US Department of Agriculture Circular No. 183* (August 1931)

Tài liệu tham khảo dùng cho Ví dụ C.3

- [27] *Official Methods of Analysis, 18th Ed.*, AOAC INTERNATIONAL, Gaithersburg, MD, 2007
- [28] METTLER, D. and THOLEN, D. *A2LA Guidance Document G108 – Guidelines for Estimating Uncertainty for Microbiological Counting Methods*. American Association for Laboratory Accreditation, 2007