INSO
14600
1st. Edition

جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران
Iranian National Standardization Organization

استاندارد ملی ایران
۱۴۶۰۰
چاپ اول

رویه استاندارد برای برآورد عدم قطعیت اندازه‌گیری جهت داده‌ها از روش‌های مبتنی بر رگرسیون

Standard Practice for Estimation of Measurement Uncertainty for Data from Regression-based Methods

ICS:19.020;13.060.45

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسهٔ استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک مادهٔ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسهٔ استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

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

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

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

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)[1] ،کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)[2] و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)[3] است و به عنوان تنها رابط[4] کمیسیون کدکس غذایی (CAC)[5] در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور ، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود .

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

1- International Organization for Standardization
2 - International Electrotechnical Commission
3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)
4 - Contact point
5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« رویه استاندارد برآورد برای برآورد عدم قطعیت اندازه‌گیری جهت داده‌ها از روش‌های مبتنی بر رگرسیون»

رئیس:	**سمت و/ یا نمایندگی**
راعی، جلال (کارشناسی ارشد مدیریت)	عضو هیات علمی دانشکده برق دانشگاه هوایی شهید ستاری و کارشناس استاندارد
دبیر:	
ذره، مهدی (کارشناسی ارشد مهندسی برق)	کارشناس استاندارد
اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)	
افراز، شهاب (کارشناسی مهندسی کامپیوتر)	مدیر تدوین شرکت مهندسی سیستم‌های مدیریت قابلیت اعتماد توازن
افراز، شیروان (کارشناسی شیمی محض)	کارشناس فنی پیشتاز طب زمان
بستان دوست راد، احسان (کارشناسی مهندسی صنایع)	رئیس هیات مدیره شرکت مهندسی سیستم-های مدیریت قابلیت اعتماد توازن
ذره، هومن (کارشناسی ارشد ریاضی)	کارشناس شرکت واصل الکتریک
قربان اشرفی، افشین (کارشناسی مهندسی برق)	مدیر عامل شرکت فنی و مهندسی نهال
کوماسی، حبیب (کارشناسی مهندسی برق)	مدیریت مجتمع آموزشی سروش آزادی

فهرست مندرجات

عنوان	صفحه
آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران	ب
کمیسیون فنی تدوین استاندارد	ج
پیش گفتار	ه
۱ هدف و دامنه کاربرد	۱
۲ مراجع الزامی	۲
۳ اصطلاحات و تعاریف	۲
۴ خلاصه‌ی رویه	۵
۵ اهمیت و استفاده	۵
۶ روش اجرایی	۶
۶-۲ تشخیص رگرسیون برای داده‌های بازیابی	۶
پیوست الف (اطلاعاتی) راهنما برای مطالعات طراحی در روش‌های آزمون مبتنی بر رگرسیون	۱۲
پیوست ب (اطلاعاتی) راهنمایی در مورد منابع تغییر	۱۳
کتابنامه	۱۴

پیش گفتار

استاندارد «رویه استاندارد برای برآورد عدم قطعیت اندازه‌گیری جهت داده‌ها از روش‌های مبتنی بر رگرسیون» که پیش نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط «شرکت مهندسی سیستم‌های قابلیت اعتماد توازن» تهیه و تدوین شده و در یکصد و هفتاد و هشتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد اندازه‌شناسی، اوزان و مقیاس‌ها مورخ۹۰/۱۲/۲ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک مادهٔ ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسهٔ استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود .

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینهٔ صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

ASTM D 7366:2008, Standard Practice for Estimation of Measurement Uncertainty for Data from Regression-based Methods

رویه استاندارد برای برآورد عدم قطعیت اندازه‌گیری جهت داده‌ها از روش‌های مبتنی بر رگرسیون

۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد محاسبهٔ عدم قطعیت اندازه‌گیری در روش آزمون قابل اجرا برای آب است. این رویه، برآورد تک‌نقطه‌ای را برای کل گستره کاری فراهم نمی‌کند، بلکه مربوط به عدم قطعیت در غلظت است. روش آماری رگرسیون در حین تجزیه و تحلیل داده‌ها به کار گرفته می‌شود.

۱-۲ روش‌های آزمون قابل اجرا، روش‌هایی می‌باشند که نتایج آنها از روش‌های مبتنی بر رگرسیون به دست می‌آیند و داده‌های آن‌ها، داده‌های درون آزمایشگاهی هستند (نه داده‌های بین آزمایشگاهی، مانند نتیجه مطالعات راند-روبین[1]). برای هر یک از تجزیه و تحلیل‌های انجام شده با استفاده از چنین روشی، فرض بر این است که یک مقدار ثابتِ تجدید پذیر از نمونه مورد استفاده قرار می‌گیرد.

۱-۳ محاسبه عدم قطعیت اندازه‌گیری شامل تجزیه و تحلیل داده‌های جمع آوری شده برای کمک به تعیین ویژگی‌های روش تحلیلی در گستره‌ی غلظت مناسب است. مثال منابع داده‌ها عبارتند از: ۱) مطالعات کالیبراسیون (که می‌تواند در حلال خالص انجام شود یا نشود)، ۲) مطالعات بازیابی (که به طور معمول در ماتریس انجام می‌شود و شامل همه مراحل آماده‌سازی نمونه می‌شود) ، و ۳) مجموعه‌ای از داده‌های به دست آمده به عنوان بخشی از روش برنامه کنترل کیفیت که در حال اجرا است. استفاده از ابزارهای متعدد، اپراتورهای متعدد، یا هر دو و پروتکل نمونه‌گیری‌های میدانی می‌تواند در داده‌ها منعکس شده یا نشده باشد.

۱-۴ در هر مطالعهٔ طراحی شده که داده‌های آن برای محاسبه عدم قطعیت روش، مورد استفاده قرار می‌گیرند، کاربر باید با دقت در مورد اینکه چه مطالعه‌ای برای به انجام رساندن در حال آزمایش است تفکر نماید و متغیر بیشتری باید در مطالعه گنجانده شود. رهنمود عمومی در مطالعات طراحی (برای مثال، کالیبراسیون، بازیابی) در پیوست الف ارائه شده است. رهنمودهای تفصیلی در مورد منابع متغیر، خارج از هدف و دامنه کاربرد این استاندارد است، اما نکاتی کلی برای در نظر گرفتن، در پیوست ب گنجانده شده است که جامع در نظر گرفته نمی‌شوند. با هر مطالعه، کاربر باید به دقت در مورد عوامل درگیر در انجام تجزیه و تحلیل تفکر نماید، و درک کند که عدم قطعیت اندازه‌گیری محاسبه شده، کیفیت داده‌های ورودی را منعکس می‌کند.

۱-۵ همراه با عدم قطعیت اندازه‌گیری، سطح اطمینان آماری وجود دارد که کاربر آن را انتخاب می‌کند.

۱-۶ در هر غلظت در گسترهٔ کاری، عدم قطعیتِ اندازه‌گیری عبارتند از به علاوه یا منهای نیمی از پهنای بازه‌ی پیش‌بینی مرتبط با خط رگرسیون.

۱-۷ فرض بر این است که کاربر دارای دسترسی به بستهٔ آماری نرم‌افزاری برای انجام رگرسیون است. در صورت نیاز از آمارگر در انتخاب چنین برنامه‌ای کمک گرفته می‌شود.

1- Round-robin

۱-۸ در مورد اینکه آیا تبدیل‌های داده‌ها در نظر گرفته می‌شود یا نه، باید با آمارگر مشورت شود.
۱-۹ این استاندارد ادعا نمی‌کند که در صورت وجود، مراقبت‌های ایمنی به همه‌ی آن‌ها ، در ارتباط با کاربردشان پرداخته است. مسئولیت کاربر این استاندارد، قبل از استفاده، تعیین رویه‌ی سلامتی و ایمنی مناسب و تعیین محدودیت‌های نظارتی است.

۲ مراجع الزامی

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

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

استفاده از مرجع زیر برای این استاندارد الزامی است:
ASTM D1129: Terminology relating to water

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌روند:

۳-۱

سطح اطمینان **confidence level**

احتمال اینکه بازه‌ی پیش‌بینی از برآورد رگرسیون مقدار واقعی میزان یا غلظت آنالیت[1] در اندازه‌گیری‌های بعدی را در برگیرد. انتخاب‌های نمونه برای سطح اطمینان، ٪۹۹ و ٪۹۵ است.

۳-۲

فن برازش **fitting technique**

روشی برای برآورد پارامترهای یک مدل ریاضی. به عنوان مثال، کمترین مربعات عادی یک فن برازش است که ممکن است به منظور برآورد پارامترهای $a_0, a_1, a_2, \ldots$ برای مدل چندجمله‌ای $y = a_0 + a_1 x + a_2 x^2 + \ldots$ بر اساس زوج‌های مشاهده شدهٔ $\{x, y\}$ مورد استفاده قرار گیرد. کمترین مربعات وزن‌دار نیز یک فن برازش است.

1- Analyte

۳-۳

آزمون فقدان برازش **lack-of-fit (LOF)**

یک فن آماری برای زمانی که داده‌های تکراری موجود هستند، معناداری میانگین باقیمانده را برای تکرار تغییرپذیر Y محاسبه می‌نماید، تا نشان دهد که آیا انحراف از پیش‌بینی‌های مدل، به طور معقول پاسخگوی تغییرپذیری تصادفی هستند یا خیر، یعنی نشان می‌دهد که مدل مناسب است؛ و در هر غلظت، میزان تغییرات باقی مانده را از پیش‌بینی مدل با میزان تغییر باقی مانده از میانگین مشاهده شده مقایسه می‌کند.

۴-۳

کمترین مربعات **least squares**

فنی برازشی که مجموع باقیمانده‌های مجذور شده، بین مقادیر مشاهده شدهٔ y و مقادیر پیش‌بینی شده توسط مدل را به کمترین می‌رساند.

۵-۳

مدل **model**

عبارت ریاضی (برای مثال، خطی، درجه دوم) که y (مقدار اندازه‌گیری شده به طور مستقیم) را به x (غلظت یا مقدار آنالیت) مربوط می‌کند.

۶-۳

کمترین مربعات معمولی **ordinary least squares**

OLS **OLS**

کمترین مربعات، که در آن به تمام نقاط داده‌ها، وزن برابری داده شده است.

۷-۳

بازه‌ی پیش‌بینی **prediction interval**

یک جفت حدود پیش‌بینی ("بالایی" و "پایینی") که برای هم رده کردن با مشاهدهٔ "بعدی" در سطح معینی از اطمینان استفاده می‌شود.

۸-۳

مقدار P **p-value**

معناداری آماری یک آزمون (مقدار احتمال مرتبط با آزمون آماری) که نشاندهندهٔ این احتمال است که یک آمار آزمون صرفاً بر اساس شانس، فرض می‌شود و یا از مقدار خاصی تجاوز می‌کند، با فرض این که فرضیه صفر صحیح است (یک مقدار کم P که معناداری آماری را در سطح اطمینانی برابر ۱/۰ منهای مقدار P نشان می‌دهد).

۹-۳

رگرسیون **regression**

یک فن تجزیه و تحلیل برای برازش نمودن مدل برای داده‌ها، که اغلب به عنوان مترادف برای OLS استفاده می‌شود.

۱۰-۳

باقی مانده **residual**

خطا در برازش بین غلظت مشاهده شده و مدل سازی شده (پاسخ داده‌های حاصل از منهای داده‌های حاصل از برازش).

۱۱-۳

خطای جذر میانگین مربعات **root mean square error (RMSE)**

برآورد انحراف استاندراد اندازه‌گیری (یعنی تغییر ذاتی در سیستم اندازه‌گیری).

۱۲-۳

سطح معناداری **significance level**

احتمال اینکه نتیجه اندازه‌گیری شده یا مشاهده شده به دلیل رفتار ساده‌ی تصادفی است.

۱۳-۳

عدم قطعیت (اندازه‌گیری) **uncertainty (of a measurement)**

فقدان دقت در اندازه‌گیری (به عنوان مثال، به علت خطای نمونه گیری، تغییرات اندازه‌گیری ، و دقیق نبودن در مدل)؛ بازه‌ی آماری که گمان می‌رود خطای اندازه‌گیری با برخی از سطوح اطمینان در آن قرار دارد.

۱۴-۳

وزن **weight**

ضریب اختصاص داده شده به مشاهدات برای دستکاری در تاثیر نسبی آنها در محاسبات بعدی. برای مثال، کمترین مربعات وزن‌دار، مشاهدات دارای نوفه، به پایین وزن‌دار هستند، در حالی که داده‌های دقیق به بالا وزن‌دار هستند.

۱۵-۳

کمترین مربعات وزن‌دار **weighted least squares (WLS)**

کمترین مربعات، که در آن، نقاط داده‌ها با تناسب معکوس با واریانس آنها "نوفه[1]" وزن داده می‌شوند.

۴ خلاصه‌ی رویه

۴-۱ نکات کلیدی پروتکل‌های آماری برای عدم قطعیت اندازه‌گیری عبارتند از :

۴-۱-۱ در گستره کاری از مجموعه داده‌های روش، برآورد عدم قطعیت روش در هر غلظت معین، به علاوه یا منهای نیم پهنا از بازه‌ی پیش‌بینی شده محاسبه می‌شود.

۴-۱-۲ تعداد کل نقاط داده‌های هر مطالعه‌ی باید بالا نگه داشته شود. جاهای خالی بسته به اهداف کیفیت داده‌های روش آزمون می‌توانند در نظر گرفته شوند یا نشوند.

۴-۱-۳ در به کار بردن رگرسیون برای هر مجموعه از داده‌های قابل کاربرد، روش برازش مناسب (برای مثال ، کمترین مربعات معمولی (OLS) و یا کمترین مربعات وزن‌دار (WLS)) باید تعیین شوند (برای برازش مدل پیشنهادی به داده‌ها).

۴-۱-۴ الگوی باقی مانده و آزمون عدم برازش برای ارزیابی کفایت مدل انتخاب شده استفاده می‌شود..

۴-۱-۵ دامنه نیم عرض بازه‌ی پیش‌بینی شده باید ارزیابی شود، یادآوری می‌شود که پذیرش یا رد مقدار عدم قطعیت یک رأی داوری است ، نه تصمیم گیری آماری.

۵ اهمیت و استفاده

۵-۱ کاربرد مناسب این رویه باید به برآورد عدم قطعیت روش آزمون (در هر غلظت گستره کار) منتهی شود، با مقایسه‌ی عدم قطعیت با اهداف کیفیت داده می‌توانیم ببینیم که آیا این عدم قطعیت قابل قبول است یا نه.

۵-۲ با مجموعه داده‌هایی که غلظت بازیابی شده را با غلظت درست مقایسه می‌کنند، نمودار رگرسیون حاصل، اصلاح داده‌های بازیابی را برای مقادیر صحیح فراهم می‌نماید. گزارش چنین اصلاحاتی از جمله در صلاحدید کاربر قرار دارد.

۵-۳ این روش باید به منظور برآورد اندازه‌گیری عدم قطعیت برای هر گونه استفاده از روش آزمون که در آن عدم قطعیت اندازه‌گیری برای استفاده از داده‌ها مهم است، مورد استفاده قرار گیرد.

1- Noisiness

۶ روش اجرایی

۶-۱ مقدمه

۶-۱-۱ برای مقاصد این رویه، تنها روش‌های مبتنی بر رگرسیون قابل اجرا هستند. مثالی از یک ماژول که مبتنی بر رگرسیون نیست، ترازو است. اگر یک شی روی ترازو قرار داده شود، قرائت یکاهای مورد نظر بر حسب یکاهای جرم است. هیچ دخالتی از طرف کاربر برای رسیدن به نتیجه مورد نیاز لازم نیست. ولی یک ابزار مانند کروماتوگراف[1] و یا طیف سنج، داده‌های خام (به عنوان مثال، ناحیه اوج و یا جذب) باید به یکاهای معنی دار، به طور معمول غلظت تبدیل شود. رگرسیون در هسته اصلی این فرآیند تبدیل قرار دارد.

۶-۱-۲ وجه تمایز دیگر، قابلیت کاربرد این پروتکل است. این رویه تنها به داده‌های درون آزمایشگاهی می‌پردازد. به عبارت دیگر، قابلیت تغییری که با جمع آوری نتایج یک آزمایشگاه وارد می‌شود، در نظر گرفته نمی‌شود. نمونه‌هایی که در اینجا نشان داده شده اند، برای یک روش با یک اپراتور هستند. اگر کاربر بخواهد قابلیت تغییر پذیری با چند اچراتور را بدست آورد می‌تواند اپراتورهای دیگری را هم در طراحی در نظر بگیرد.

۶-۱-۳ مثالی کوتاه، اهمیت برآورد عدم قطعیت اندازه‌گیری را نشان می‌دهد. یک نمونه باید برای تجزیه و تحلیل، تعیین شود که آیا تحت حد مشخصه بالایی ۵ قرار دارد یا نه (یکاهای واقعی غلظت مهم نیستند). نتیجه آزمون نهایی ۴٫۵ است. بنابراین سوال اینست که آیا نمونه باید قبول شود یا رد شود. به طور واضح ۴٫۵ کمتر از ۵ می‌باشد. اگر اعداد، مطلق در نظر گرفته شوند، بنابراین نمونه قبول می‌شود. ولی چنین داوری قابلیت تغییری که همیشه در اندازه‌گیری وجود دارد را نادیده می‌گیرد. هر پهنای عدم قطعیت اندازه‌گیری نه تنها به نوفه داشتن داده‌ها ، بلکه به سطح اطمینان خواسته‌ی کاربر که می‌خواهد اختیار کند بستگی دارد. ملاحظه قبلی یک تصمیم آماری نیست، بلکه تصمیمی مستدل است که باید بر اساس نیازهای مشتری، استفاده هدفمند از داده‌ها، یا هر دو باشد. هنگامی که سطح اطمینان انتخاب شده باشد، بازه می‌تواند از داده‌ها محاسبه شود. در این مثال، اگر عدم قطعیت ۱.۰± باشد، بنابراین شکّی جدی در این مورد وجود دارد که آیا نمونه قبول می‌شود یا نه، از اینرو مقدار واقعی می‌تواند در هر نقطه بین ۳.۵ و ۵.۵ باشد. از سوی دیگر، اگر عدم قطعیت تنها ۰.۱± باشد، بنابراین نمونه می‌تواند به راحتی قبول شود. فقط با ایجاد یک ارزیابی سالم از این عدم قطعیت، کاربر می‌تواند چگونگی اعمال برآورد نمونه‌ای را که او به دست آورده، تعیین نماید. پروتکل زیر برای پاسخگویی به چنین سوالاتی طراحی شده است مانند: ۴.۵ ±؟.

۶-۲ تشخیص رگرسیون برای داده‌های بازیابی

۶-۲-۱ تحلیلگرانی که به طور معمول از کروماتوگراف و طیف سنج استفاده می‌کنند، با اصول اولیه فرآیند رگرسیون آشنا هستند. نتایج نهایی عبارتند از : ۱) نموداری که به طور بصری پاسخ‌ها (روی محور y) را به غلظت‌های واقعی (روی محور x) مرتبط می‌نماید و ۲) معادله‌ای که از لحاظ ریاضی دو متغیر را مرتبط می‌نماید.

1- Chromatograph

۶-۲-۲ زیربنای این نتایج دو انتخاب اصلی است: ۱) مدل ، مانند یک خط مستقیم یا نوعی از یک خط منحنی، و ۲) یک فن برازشی، که از نسخه کمترین مربعات است. انتخاب‌های مدل سازی به طور کلی برای بیشتر تحلیلگران شناخته شده است، اما انتخاب‌های فن برازشی معمولاً به خوبی درک نمی‌شود. دو شکل از رایج ترین اشکال برازش کمترین مربعات در بندهای زیر بررسی شده است.

۶-۲-۲-۱ در کمترین مربعات معمولی (OLS) فرض می‌شود که واریانس پاسخ‌ها به غلظت میل نمی‌کند. اگر واریانس به غلظت میل کند، سپس کمترین مربعات وزن‌دار (WLS) مورد نیاز است. در WLS، داده‌ها بر اساس مقدار نوفه آنها وزنگذاری می‌شوند. مقادیری که دارای عدم قطعیت نسبتا کمی هستند، قابل اطمینان تر در نظر گرفته می‌شوند و متعاقباض وزن بالاتری (و در نتیجه نفوذ بیشتر در خط رگرسیون) نسبت به مقادیر مبهم تر می‌گیرند.

۶-۲-۲-۲ فرمول‌های متعددی برای محاسبه‌ی وزن مورد استفاده قرار می‌گیرند. ساده ترین $1/X$ است (که در آن x، غلظت واقعی) پس از آن $1/X^2$. در هر غلظت واقعی، عکس مربع انحراف استاندراد فعلی نیز استفاده شده است. با این حال ، فرمول ارجح از مدل سازی انحراف استاندراد به دست می‌آید. به عبارت دیگر، مقادیر انحراف استاندراد فعلی به ازای غلظت واقعی رسم می‌شود؛ بنابراین مدل مناسب برای داده‌ها برازش می‌شود. بنابراین عکس مربع معادله خط برای محاسبه وزن مورد استفاده قرار می‌گیرد. ساده ترین مدل یک خط راست است، اما اگر موقعیت ایجاب کند، مدلسازی دقیق تری باید انجام شود. (در عمل، نرمال سازی فرمول وزن با تقسیم عادی عکس مجموع مربعات، بهتر است. این فرآیند تضمین می‌کند که خطای جذر میانگین مربعات درست است).

۶-۲-۲-۳ در مجموع، دو انتخاب، که مستقل از یکدیگر هستند، باید در انجام رگرسیون صورت گیرند. این دو انتخاب یک مدل و یک فن برازش هستند. در عمل، گزینه‌های مدل معمولاً یک خط مستقیم یا درجه دوم هستند، در حالی که گزینه‌های مرسوم برای فن برازش، کمترین مربعات معمولی و کمترین مربعات وزن‌دار هستند.

۶-۲-۲-۴ با این حال، یک خط راست به طور خودکار با OLS مرتبط نمی‌شود و به طور خودکار یک درجه دوم با WLS جفت نیست. روش برازش صرفاً به رفتار پاسخ انحرافات معیار بستگی دارد (یعنی آنها به غلظت‌ها گرایش دارند).انتخاب مدل به این انحرافات معیار مربوط نمی‌شود، اما عمدتا به اینکه آیا داده‌ها برخی از نقاط انحنا را نشان می‌دهند، بستگی دارد

۶-۲-۳ هنگامی که یک مدل مناسب و فن برازش انتخاب شده باشند، نمودار و خط رگرسیون می‌تواند تعیین شود. یکی دیگر از خصیصه[1]های بسیار مهم نیز می‌تواند محاسبه و رسم شود. این خصیصه، بازه‌ی پیش‌بینی است که یک "پوش" در اطراف خود خط است که عدم قطعیت (در سطح اطمینان انتخاب شده) در اندازه‌گیری‌های پیش‌بینی شده‌ی آینده از خط را گزارش می‌دهد. یک مثال در شکل ۱ داده شده است. خط قرمز توپر، خط رگرسیون است ، خطوط قرمز تکه تکه بازه‌ی پیش‌بینی را تشکیل می‌دهند.

1- Feature

۶-۲-۴ در حالی که مفهوم مدل، برای اکثر تحلیلگران آشنا است، از لحاظ آماری، فرآیند سالم برای انتخاب مدل مناسب به طور معمول آشنا نیست. یک سری از تشخیص‌های رگرسیون کاربر را راهنمایی خواهد کرد. گام‌های اساسی به شرح زیر است، و می‌تواند با اکثر بسته‌های نرم افزاری آماری که به طور تجاری در دسترس هستند انجام شوند:

(۱) y را به ازای x رسم کنید.

(۲) رفتار انحراف استاندراد y را تعیین کنید

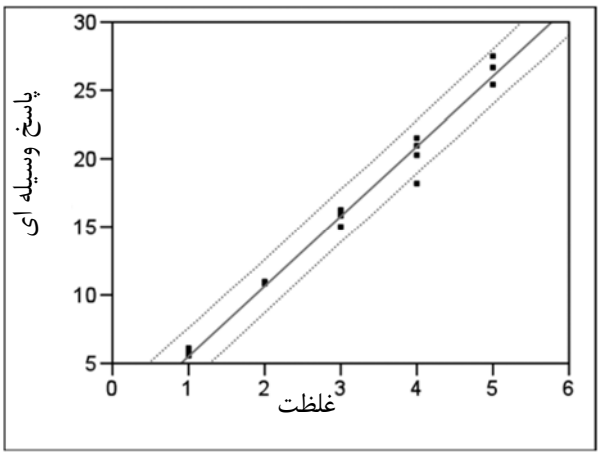
(۳) مدل پیشنهاد شده را برازش نمایید

(۴) باقیمانده را امتحان نمایید

(۵) آزمون فقدان برازش (LOF) را انجام دهید

(۶) بازه پیش‌بینی را ارزشیابی نمایید.

مرحله ۱ یک نمودار پراکندگی را ترسیم می‌کند. این نمودار برای نقطه گذاری داده‌های بالقوه‌ی خطادار[1] (که به سادگی ممکن است به علت اشتباهات تایپی در جدول داده‌ها باشد)، و همچنین برای رسیدن به حسی کلی در مورد رفتار انحراف استاندراد پاسخ و هر انحنا در داده‌ها مفید است. مرحله ۲ نشان می‌دهد که روش برازش (یعنی، OLS و یا WLS) مورد نیاز است. مراحل ۳ تا ۵ انتخاب یک مدل مناسب را فراهم می‌کند. مرحله ۶ اطلاعات مورد نیاز برای تصمیم گیری را فراهم می‌کند در صورتی که عدم قطعیت در اندازه‌گیری‌ها در سطح قابل قبولی باشد.



یادآوری- بازه در نمودار فوق تقریباً به موازات خط رگرسیون قرار دارد. این هندسه به طور معمول هنگامی رخ می‌دهد که OLS تکنیک برازش مقتضی است و زمانی که تعدادی از نقاط داده ها، بالا هستند. با این حال، اگر WLS مورد نیاز باشد، بازه بازتر می‌شود. این پدیده WLS معنی دار است، زیرا عدم قطعیت در داده‌های نسبتا مخدوش بزرگتر از عدم قطعیت در داده‌های "محکم" خواهد بود.

شکل ۱- نمونه‌ای از خط رگرسیون با بازه‌ی پیش بینی مرتبط

۶-۲-۵ این مراحل می‌تواند با یک مثال نشان داده شود، که نشان می‌دهد که چگونه یک مدل مناسب و روش برازش برای بازیابی اطلاعات شبیه سازی شده با استفاده از مراحل تشخیص ترسیم شده در بالا یافت

1- Errant

می‌شوند. (اگر چه این مثال برای بازیابی داده‌ها است، باید تأکید کرد که فنون نشان داده شده عمومی هستند و می‌توانند با داده‌ها از روش‌های آزمون قابل کاربرد در هدف و دامنه کاربرد شرح داده شده مورد استفاده قرار گیرد.) جدول شماره ۱ حاوی داده‌های شبیه سازی شده برای این مثال است. نمودار پراکندگی مرتبط در شکل۲ نشان داده شده است.

جدول ۱- داده‌های بازیابی شبیه سازی شده

غلظت واقعی یا خیز[1] دارد	غلظت بازیابی شده	وزن
۱	۵٫۷۶	۴٫۴۳۷۵
۱	۶٫۲۹	۴٫۴۳۷۵
۱	۵٫۵۸	۴٫۴۳۷۵
۱	۵٫۵۴	۴٫۴۳۷۵
۲	۱۲٫۲۴	۰٫۳۵۰۱
۲	۱۰٫۶۴	۰٫۳۵۰۱
۲	۱۱٫۹۴	۰٫۳۵۰۱
۲	۱۱٫۴۴	۰٫۳۵۰۱
۳	۱۴٫۶۲	۰٫۱۱۸۵
۳	۱۵٫۸۲	۰٫۱۱۸۵
۳	۱۷٫۰۸	۰٫۱۱۸۵
۳	۱۴٫۸۹	۰٫۱۱۸۵
۴	۲۱٫۴۸	۰٫۰۵۸۹
۴	۲۳٫۱۳	۰٫۰۵۸۹
۴	۲۰٫۱۰	۰٫۰۵۸۹
۴	۱۹٫۶۹	۰٫۰۵۸۹
۵	۲۸٫۶۰	۰٫۰۳۵۱
۵	۲۷٫۱۱	۰٫۰۳۵۱
۵	۲۴٫۳۱	۰٫۰۳۵۱
۵	۲۳٫۱۱	۰٫۰۳۵۱

۶-۲-۶ برای تعیین رفتار و انحراف استاندراد پاسخ ها، نمودار انحرافات معیار به ازای غلظت ساخته شده است (شکل ۳). یک خط راست با استفاده از کمترین مربعات معمولی تناسب یافته است. مقدار P برای شیب خط ۰٫۰۰۴۵ است که قابل توجه است. بنابراین، کمترین مربعات وزن‌دار برای متناسب نمودن هر مدل برای

1- Spiked

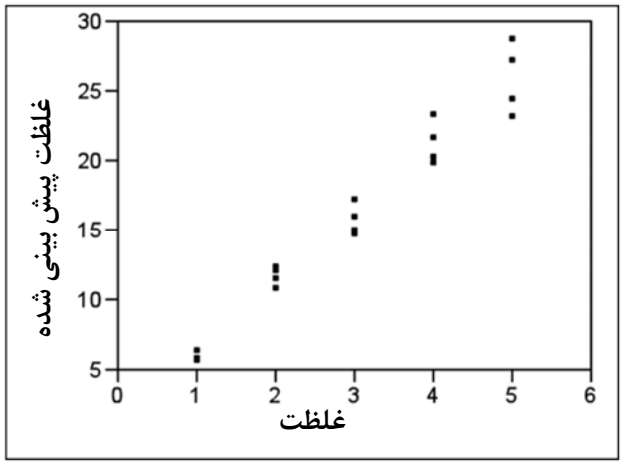
بازیابی داده‌های خود مورد نیاز است. فرمول وزن ها، مربع معکوس عبارت خط [(0.5206949×x)+0.317326-] است که تقسیم بر میانگین تمام مربعات شده است.

۶-۲-۷ عیب یابی‌های رگرسیون نشان می‌دهد که یک خط راست، مدلی مناسب است. نمودار نهایی (یعنی، یک خط راست متناسب با WLS)، با بازه‌ی پیش‌بینی در اطمینان ٪۹۵، در شکل ۴ نشان داده شده است.

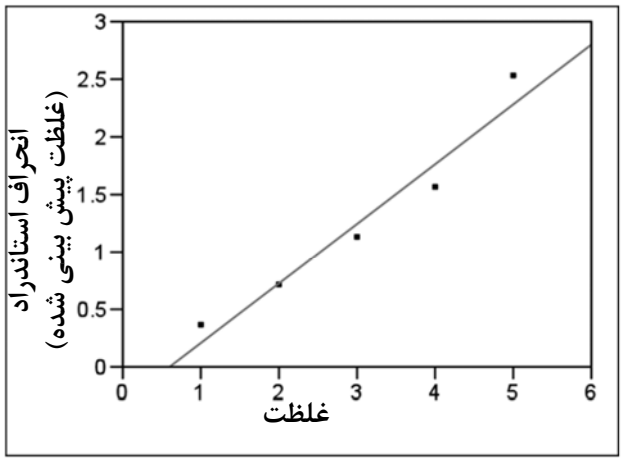
۶-۲-۸ مدارک و شواهد برای کفایت مدل و توسط این واقعیت نشان داده می‌شود که مقدار p، LOF مقدار ۰/۴۳۵۸ بود، که ناچیز است (فرضیه آغازین که در آن هیچ عدم تناسب با مدل نماینده وجود ندارد). نمودار باقی مانده (شکل ۵ را ببینید)، با پراکندگی تصادفی نقاط حول خط صفر، همچنین از انتخاب یک خط راست پشتیبانی می‌کند. شکل شیپوری برای الگو، ویژگی داده‌هایی است که در آن انحرافات معیار پاسخ به غلطت میل می‌کند.

۶-۲-۹ هر غلظت که از طریق نمودار بازیابی برآورد شده است، دارای عدم قطعیت ± نیم پهنا بازه‌ی پیش‌بینی (در سطح اطمینان انتخاب شده) است، و در نتیجه به سوال (یعنی ۴/۵±) مطرح شده در بخش ۶-۱-۳ پاسخ می‌دهد.

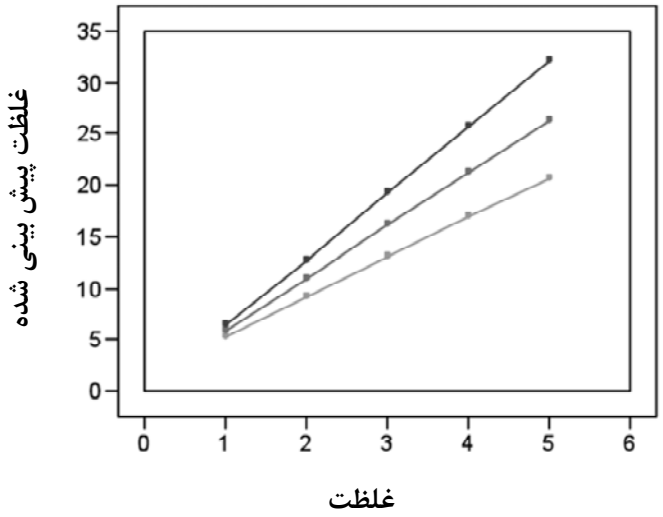
۶-۲-۱۰ نتایج باید با این گزارش داده شوند ۱) برآورد خود مقدار، ۲) عدم قطعیت و ۳) سطح اطمینان. یک مثال: ۰/۲± ۴/۵ در سطح اطمینان ٪۹۵ است.



شکل ۲- نمودار پراکندگی داده‌های بازیابی شبیه سازی شده



شکل ۳- نمودار انحراف استاندراد پاسخ‌ها به ازای غلظت



شکل ۴- نمودار بازیابی با بازه پیش بینی مرتبط با آن

شکل ۵- نمودار باقیمانده‌ها برای مدل خط مستقیم متناسب با داده‌های بازیابی، با استفاده از WLS

پیوست الف

(اطلاعاتی)

راهنما برای مطالعات طراحی در روش‌های آزمون مبتنی بر رگرسیون

الف-۱ با طراحی مطالعه، هدف نهایی تصمیم گیری در این مورد است که چه غلظت‌هایی (یا سطوح) گنجانده می‌شوند، و چگونه بسیاری از تکرارهای هر یک از راه حل ها، تجزیه و تحلیل می‌شوند. برای گرفتن این تصمیمات، به چند سؤال باید پرداخته شود. اول ، گستره غلظت‌های مورد علاقه چیست؟ برخی از آگاهی‌های اولیه از سطوح مورد انتظار در نمونه‌ها مورد نیاز است که در نهایت باید آزمایش شوند. این گستره باید به اندازه کافی برای جلوگیری از نیاز به برون یابی منحنی کالیبراسیون گسترده باشد. دوم، آیا حساسیت روش به چالش کشیده می‌شود؟ آیا داده‌های ضروری قابل اطمینان در ناحیه‌ی پیش‌بینی نشده وجود دارند، به این معنی که سطوح کافی و تکرارها در این زمینه نیاز است؟ برای کار در این ناحیه، یک فضای خالی که به خوبی انتخاب شده است به طور معمول لازم است. سوم، آیا دقت بالا کمترین در برخی از بخشهایی از گستره‌ی کاری مورد نیاز است که نشان می‌دهد که تعداد کافی از تکرارهای در هر یک از غلظت‌ها مورد نیاز هستند؟ چهارم ، آیا از داده‌ها انتظار می‌رود که انحنا را نمایش دهند؟ اگر چنین است، پس تعداد کافی غلظت‌ها باید به بخش مشکوک گستره اختصاص داده می‌شود. پنجم ، آیا حدود مشخصه که مدنظر هستند وجود دارند؟ چنین غلظت‌های حیاتی باید در طراحی گنجانده شوند و در براکت قرار داده شوند.

الف-۲ هنگامی که سوالات فوق (و هر مورد دیگری که مدنظر است) پاسخ داده شدود، گستره غلظت واقعی، همراه با تعدادی از غلظت‌ها و تعداد تکرارها می‌توانند انتخاب شوند. الزامی در کار نیست که همان تعداد از تکرارها برای هر غلظت مورد تجزیه و تحلیل قرار گیرند. همچنین، سطح اطمینان باید تنظیم شود، از اینرو که تعیین باید قبل از اینکه تجزیه و تحلیل داده‌ها بتواند به درستی وصرت گیرد، صورت گیرد. در نهایت، در درون هر یک از مجموعه‌های تکرارها، باید مجموعه‌ای از غلظت‌ها به صورت تصادفی قرار گیرند. این فرایند، تعیین پدیده‌هایی مانند کری‌اُور[1] را میسر می‌سازد.

الف-۳ هیچ طراحی "سحرآمیزی" که برای همه مطالعات کالیبراسیون کار می‌کند وجود ندارد. با این حال، یک محل شروع خوب، آرایش ۵×۵ است. (یعنی پنج تکرار برای هر یک از پنج غلظت ها). اعداد می‌توانند و باید برای متناسب شدن با نیازهای مطالعه (و در نهایت، روش تحلیلی). ، اتخاذ شوند بهتر است به خاطر داشته باشید که داشتن تعداد زیادی از نقاط داده مطلوب است.

1- Carryover

پیوست ب

(اطلاعاتی)

راهنمایی در مورد منابع تغییر

ب-۱ در طراحی کالیبراسیون و یا مطالعه بازیابی، هر تلاشی باید انجام گیرد تا تغییر به اندازه‌ای باشد که به طور معقول برای رخ دادن در استفاده روز به روز از روش آزمون معین انتظار می‌رود.

ب-۲ در حالی که پاراگراف‌های زیر فراگیر در نظر گرفته نمی‌شوند، چند نمونه از منابع تغییر مورد بحث قرار گرفته اند. کاربر باید این ایده‌ها را به عنوان نقطه شروع برای ارزیابی "نواحی مشکل دار" یا روش خود استفاده نماید.

ب-۲-۱ تحلیلگر- با برخی از روش‌های‌های سطح پایین (به عنوان مثال، سطوح ردیابی آمونیاک)، تحلیلگر خود / خودش می‌تواند منبع آلودگی باشد، که می‌تواند از یک روز به روز بعدی متفاوت باشد.

ب-۲-۲ روش- روش‌های راه اندازی و خاموش کردن می‌تواند روی پایداری یک روش تاثیر داشته باشد.

ب-۲-۳ محیط زیست و تاثیرات متغیر با زمان- عواملی مانند دما ، نوسانات برق، رطوبت ، و آلاینده‌های موجود در هوا ممکن است روی برخی از روش‌های اجرایی تاثیر بگذارند.

ب-۲-۴ مواد شیمیایی- برخی از معرف‌ها و استانداردهای ممکن است دارای عمر مفید محدود باشند، به خصوص در غلظت‌های پایین.

ب-۲-۵ آماده سازی نمونه- این عرصه، شاید بزرگترین منبع تغییر در بسیاری از روش‌های آزمون باشد.

ب-۲-۶ ظروف نمونه- پاکیزگی تمام ظروف آزمایشگاهی پلاستیکی/شیشه‌ای دارای اهمیت ویژه‌ای در تجزیه و تحلیل‌های سطح پایین است.

کتابنامه

[1] ABE, H., KAWAI, M., KANNO, T. and SUZUKI, K., Engineering ceramics, Gihodo Pub. Co., p.167-188, 1984 (in Japanese).

[2] EVANS, A.G. and WIEDERHORN, S.M., Crack propagation and failure prediction in silicon nitride at elevated temperatures, J. Mater. Sci., 9, p.270-278, 1974.

[3] MITSUNAGA, Y., KATSUYAMA, Y., KOBAYASHI, H. and ISHIDA, Y., Strength assurance of optical fiber based on screening test, vol. J66-B, Trans. IEICE, No. 7, p. 829-836, June 1983 (in Japanese).

[4] MITSUNAGA, Y., KATSUYAMA, Y., KOBAYASHI, H. and ISHIDA, Y., Failure prediction for long length optical fiber based on اثبات شده test, J. Appl. Phys., vol. 53, No.7, p.4847- 4853, 1982.

[5] KANAYAMA, K., ANDO, Y., IWANO, S., and NAGASE, Ryo, IEICE Trans Electron., vol. E77-C, No. 10, p.1559-1566.

[6] NAGASE, Ryo, SUGITA, Etsuji, KANAYAMA, K., ANDO, Y., and IWANO, S., IEICE Trans Electron., vol. E81-C, No. 3, p.408-415, March 1998.