

TRUNG TÂM KIỂM SOÁT BỆNH TẬT TỈNH KHÁNH HÒA KHOA XÉT NGHIỆM-CDHA&TDCN	Mã hiệu:	QTQL-16
	Phiên bản:	03
QUY TRÌNH ĐÁNH GIÁ ƯỚC LƯỢNG ĐỘ KHÔNG ĐẢM BẢO ĐO	Ngày ban hành:	17/10/2022
	Trang:	2/22

MỤC LỤC

1. MỤC ĐÍCH.....	3
2. PHẠM VI ÁP DỤNG	3
3. TÀI LIỆU LIÊN QUAN.....	3
4. ĐỊNH NGHĨA VÀ CHỮ VIẾT TẮT.....	3
4.1 Định nghĩa	3
4.2 Chữ viết tắt.....	3
5. NỘI DUNG.....	4
5.1 Cơ sở lý thuyết	4
5.2 Các thành phần độ không đảm bảo đo.....	5
6. BIỂU MẪU/HỒ SƠ	22

TRUNG TÂM KIỂM SOÁT BỆNH TẬT TỈNH KHÁNH HÒA KHOA XÉT NGHIỆM-CDHA&TDCN	Mã hiệu:	QTQL-16
	Phiên bản:	03
QUY TRÌNH ĐÁNH GIÁ ƯỚC LƯỢNG ĐỘ KHÔNG ĐẢM BẢO ĐO	Ngày ban hành:	17/10/2022
	Trang:	3/22

1. MỤC ĐÍCH

- Quy trình này nhằm hướng dẫn kỹ thuật để đánh giá, ước lượng độ không đảm bảo đo

2. PHẠM VI ÁP DỤNG

- Thủ tục này được áp dụng trong HTQL của KXN phù hợp yêu cầu 7.6 của tiêu chuẩn ISO/IEC 17025:2017.

3. TÀI LIỆU LIÊN QUAN

- Tiêu chuẩn ISO/IEC 17025:2017 mục 7.6
- Sổ tay chất lượng KXN
- AGL 04: Yêu cầu bổ sung công nhận lĩnh vực Vi sinh;
- AGL 03: Yêu cầu bổ sung công nhận lĩnh vực Hóa PT;
- AGL 18: hướng dẫn ước lượng độ không đảm bảo đo trong hóa phân tích định lượng
- AGL 19: hướng dẫn ví dụ ước lượng độ không đảm bảo đo trong hóa phân tích định lượng

4. ĐỊNH NGHĨA VÀ CHỮ VIẾT TẮT

4.1 Định nghĩa

- Độ không đảm bảo đo (của phép đo):
 - Thông số gắn với kết quả của phép đo, đặc trưng cho sự phân tán của các giá trị có thể quy cho đại lượng đo một cách hợp lý.
 - Thông số có thể là độ lệch chuẩn (hoặc bội của nó), hoặc là 1/2 của khoảng với mức tin cậy đã định.
 - Nói chung độ không đảm bảo của phép đo gồm nhiều thành phần có thể đánh giá bằng phân bố thống kê các kết quả của một dãy 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 các phân bố xác suất mô phỏng trên cơ sở thực nghiệm hoặc các thông tin khác.
 - Kết quả đo được hiểu là ước lượng tốt nhất về giá trị của đại lượng đo và tất cả các thành phần của độ không đảm bảo đo, bao gồm cả các thành phần do các ảnh hưởng hệ thống như các thành phần gắn với sự hiệu chỉnh và gắn với các chuẩn quy chiếu gây ra, đều góp phần vào độ phân tán.

4.2 Chữ viết tắt

- HTQL: Hệ thống quản lý;
- KXN: Khoa Xét nghiệm;
- QLKT: Quản lý kỹ thuật

TRUNG TÂM KIỂM SOÁT BỆNH TẬT TỈNH KHÁNH HÒA KHOA XÉT NGHIỆM-CĐHA&TDCN	Mã hiệu:	QTQL-16
	Phiên bản:	03
QUY TRÌNH ĐÁNH GIÁ ƯỚC LƯỢNG ĐỘ KHÔNG ĐẢM BẢO ĐO	Ngày ban hành:	17/10/2022
	Trang:	4/22

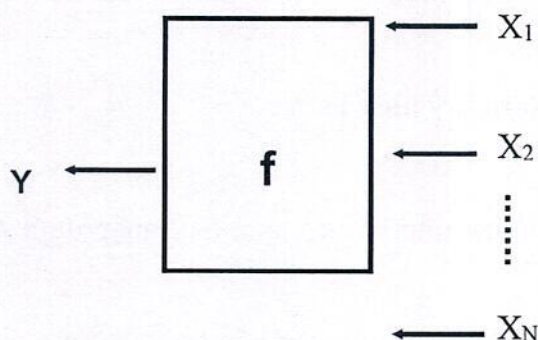
- QLCL: Quản lý chất lượng
- ĐK ĐBD: độ không đảm bảo đo

5. NỘI DUNG

5.1 Cơ sở lý thuyết

- Đại lượng đo Y xác định qua N các đại lượng đầu vào $X_1, X_2, \dots, X_N$

Mô hình toán:

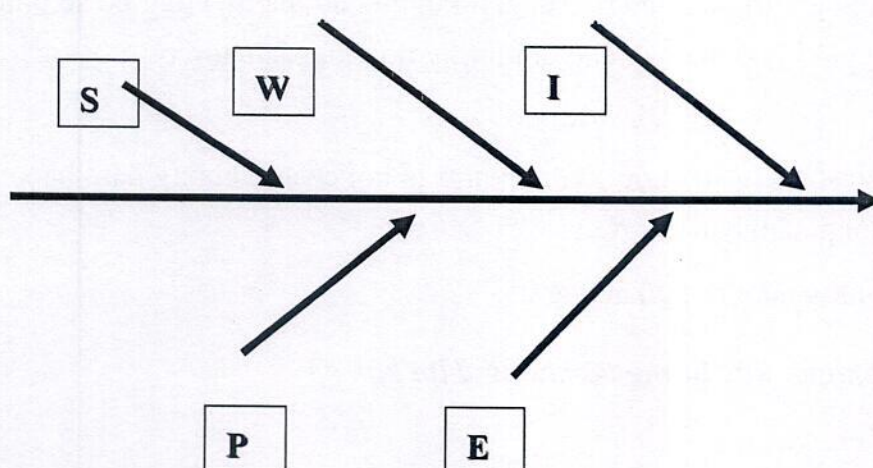


$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N)$$

- Giá trị ước lượng của đại lượng đo $Y \rightarrow y$ nhận được từ các ước lượng đầu vào $x_1, x_2, \dots, x_N$

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_N)$$

Các nguồn chủ yếu đóng góp vào độ không đảm bảo theo GUM:



S: Chuẩn đo lường
W: Mẫu được đo, thử

I: Phương tiện đo và phương pháp đo

P: Người đo

E: Môi trường đo

Quá trình đo

Tập hợp các đại lượng vào có thể phân ra 2 loại:

- Các đại lượng có giá trị được xác định từ phép đo trực tiếp
- Các đại lượng có giá trị và độ không đảm bảo được đưa từ bên ngoài (cơ quan hiệu chuẩn)

TRUNG TÂM KIỂM SOÁT BỆNH TẬT TỈNH KHÁNH HÒA KHOA XÉT NGHIỆM-CĐHA&TDCN	Mã hiệu:	QTQL-16
	Phiên bản:	03
QUY TRÌNH ĐÁNH GIÁ ƯỚC LƯỢNG ĐỘ KHÔNG ĐẢM BẢO ĐO	Ngày ban hành:	17/10/2022
	Trang:	5/22

5.2 Các thành phần độ không đảm bảo đo

5.2.1 Độ không đảm bảo chuẩn thành phần

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

Độ không đảm bảo chuẩn loại A, ký hiệu là u_A : thành phần độ không đảm bảo đo được đánh giá bằng cách phân tích thống kê một loạt các kết quả quan trắc.

Độ không đảm bảo chuẩn loại B, ký hiệu là u_B : thành phần độ không đảm bảo đo được đánh giá bằng phương pháp khác với phương pháp sử dụng phân tích thống kê một loạt các kết quả quan trắc.

Độ không đảm bảo chuẩn tổng hợp, ký hiệu là u_c

5.2.1.1 Combined uncertainty

Là độ không đảm bảo của kết quả phép đo khi kết quả này nhận được từ giá trị của một số các đại lượng khác.

Độ không đảm bảo chuẩn tổng hợp bằng dương căn bậc hai của tổng phương sai (hoặc hiệp biến) của các đại lượng nói trên, những phương sai hoặc hiệp biến này được lấy trọng số tùy theo kết quả của phép đo biến đổi phụ thuộc vào sự thay đổi của các đại lượng này nh thế nào.

Độ không đảm bảo mở rộng, ký hiệu là U

5.2.1.2 Expanded uncertainty

Là đại lượng xác định miền giá trị phân bố bao quanh kết quả đo mà hy vọng nó sẽ phủ một phần lớn phân bố của các giá trị có thể quy cho đại lượng đo một cách hợp lý:

$$U = k \cdot u_c$$

Trong đó: k : hệ số phủ, hệ số bằng số được sử dụng như là bội của độ không đảm bảo chuẩn tổng hợp để đưa ra độ không đảm bảo mở rộng.

Chú thích: hệ số phủ thường nằm trong khoảng $2 \div 3$.

5.2.2 Phương pháp đánh giá, ước lượng độ không đảm bảo đo

Đánh giá loại A

Độ không đảm bảo chuẩn loại A: u_{A_i} từ phân tích thống kê kết quả của một dãy quan trắc độc lập đại lượng vào X_j ta có:

$$x_j (j = 1, 2, \dots, n)$$

- Ước lượng giá trị trung bình:

TRUNG TÂM KIỂM SOÁT BỆNH TẬT TỈNH KHÁNH HÒA KHOA XÉT NGHIỆM-CDHA&TDCN	Mã hiệu:	QTQL-16
	Phiên bản:	03
QUY TRÌNH ĐÁNH GIÁ ƯỚC LƯỢNG ĐỘ KHÔNG ĐẢM BẢO ĐO	Ngày ban hành:	17/10/2022
	Trang:	6/22

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n x_j$$

- Độ lệch chuẩn

$$s(\bar{x}) = \sqrt{\frac{1}{(n-1)} \sum_{j=1}^n (x_j - \bar{x})^2}$$

- Độ không đảm bảo chuẩn loại A: u_{Ai} gắn với ước lượng giá trị trung bình của đại lượng vào x: $\bar{x}$

$$u_A = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{j=1}^n (x_j - \bar{x})^2}$$

Đánh giá (ước lượng) độ không đảm bảo đo Loại B

Quy định chung

Độ không đảm bảo chuẩn loại B (u_{Bi}) được đánh giá từ:

- Các quy định kỹ thuật của nhà chế tạo
- Số liệu cho trong chứng nhận hiệu chuẩn
- Các số liệu tra cứu
- Kinh nghiệm hoặc kiến thức chung về phương tiện đo và liên quan

Các nguồn điển hình của độ không đảm bảo đo loại B trong phép đo phân tích gồm:

- Lấy mẫu.
- Điều kiện bảo quản mẫu.
- Các ảnh hưởng của thiết bị.
- Độ tinh khiết của thuốc thử.
- Các điều kiện đo.
- Các ảnh hưởng của mẫu.
- Các ảnh hưởng của truyền dữ liệu máy tính.
- Các ảnh hưởng ngẫu nhiên.

TRUNG TÂM KIỂM SOÁT BỆNH TẬT TỈNH KHÁNH HÒA KHOA XÉT NGHIỆM-CĐHA&TDCN	Mã hiệu:	QTQL-16
	Phiên bản:	03
QUY TRÌNH ĐÁNH GIÁ ƯỚC LƯỢNG ĐỘ KHÔNG ĐẢM BẢO ĐO	Ngày ban hành:	17/10/2022
	Trang:	7/22

Phân tích các nguồn điển hình của độ không đảm bảo là:

- Lấy mẫu

Việc lấy mẫu là một phần của thủ tục kỹ thuật, các ảnh hưởng như sự thay đổi ngẫu nhiên giữa các mẫu và bất cứ khả năng nào đối với độ lệch trong quy trình lấy mẫu cũng có thể tạo ra các thành phần không đảm bảo tác động đến kết quả cuối cùng.

- Các điều kiện bảo quản:

Khi các mẫu được bảo quản trong một thời điểm bất kỳ trước khi phân tích, thì các điều kiện bảo quản đều có thể tác động lên các kết quả. Vì vậy thời hạn bảo quản cũng như các điều kiện trong quá trình bảo quản cần phải được xem như các nguồn không đảm bảo.

- Các ảnh hưởng của thiết bị:

Các ảnh hưởng của thiết bị có thể bao gồm , ví dụ giới hạn độ không đảm bảo đo cho trong giấy chứng nhận hiệu chuẩn của một cân phân tích; Thiết bị điều khiển nhiệt độ có thể duy trì một nhiệt độ trung bình khác với tập hợp điểm chỉ thị; một máy phân tích tự động có thể lệ thuộc vào các ảnh hưởng tổng quan.

- Độ tinh khiết của thuốc thử (thuốc thử – chất phản ứng):

Ví dụ như rất nhiều thuốc thử hữu cơ không đạt độ tinh khiết 100% và có thể chứa các isomer và các muối vô cơ. Độ tinh khiết của những chất như vậy thường được ổn định bởi các nhà sản xuất và sẽ không ít hơn một mức quy định. Bất cứ sự giả định nào về độ tinh khiết sẽ tạo ra một nhân tố của độ không đảm bảo.

- Các điều kiện đo:

Ví dụ: dụng cụ thủy tinh đo thể tích có thể được sử dụng tại một nhiệt độ khác với nhiệt độ mà tại đó hiệu chuẩn. Các ảnh hưởng nhiệt độ tổng thể cũng cần được hiệu chỉnh, nhưng bất cứ một độ không đảm bảo nào về nhiệt độ của một chất lỏng và thủy tinh cũng cần phải được xem xét. Tương tự như vậy, độ ẩm cũng có thể rất quan trọng đối với những vật liệu nhạy cảm có khả năng thay đổi theo độ ẩm.

- Các ảnh hưởng của mẫu:

Sự lấy lại từ một mẫu phức tạp, hoặc phản ứng của thiết bị của một người phân tích, có thể bị tác động bởi thành phần của mẫu . Sự xác định bởi nhiều phân tử có thể cấu thành ảnh hưởng này.

Độ bền của một mẫu có thể thay đổi trong quá trình phân tích vì một sự thay đổi chế độ nhiệt hoặc ảnh hưởng quang học.

Khi một “ spike ” được sử dụng để đánh giá việc lấy mẫu, thì việc lấy mẫu của nhiều phân tử có thể khác với việc lấy mẫu của (spike), gây ra một độ không đảm bảo cần được đánh giá.

- Các ảnh hưởng máy tính:

TRUNG TÂM KIỂM SOÁT BỆNH TẬT TỈNH KHÁNH HÒA KHOA XÉT NGHIỆM-CDHA&TDCN	Mã hiệu:	QTQL-16
	Phiên bản:	03
QUY TRÌNH ĐÁNH GIÁ ƯỚC LƯỢNG ĐỘ KHÔNG ĐẢM BẢO ĐO	Ngày ban hành:	17/10/2022
	Trang:	8/22

Sự lựa chọn mẫu hiệu chuẩn, ví dụ sử dụng một đường chuẩn thẳng theo sự phản ứng được đồ thị hoá, dẫn tới sự phối hợp thấp và độ không đảm bảo cao. Việc cắt bớt và nối tròn có thể dẫn đến những độ thiếu chính xác trong kết quả cuối cùng. Vì chúng ít khi được báo trước, nên có thể cần đến một độ không đảm bảo được cho phép.

- Các ảnh hưởng của máy:

Khả năng có thể đọc 1 m hay thang đo có thể cao hoặc thấp. Khả năng có thể tạo ra một sự diễn giải khác biệt của phương pháp đo.

- Các ảnh hưởng ngẫu nhiên:

Các ảnh hưởng ngẫu nhiên tham gia vào độ không đảm bảo trong tất cả các phép xác định. Nó cần được đề cập đến trong danh sách thông kê như một vấn đề nghiêm trọng.

Chú ý: những nguồn này không là những nguồn độc lập cần thiết.

Đánh giá thành phần độ không đảm bảo loại B từ các nguồn riêng lẻ

Xét các trường hợp sau:

- (1) Nếu ước lượng của x_i được lấy từ giấy chứng nhận hiệu chuẩn và độ không đảm bảo trích dẫn của nó được xác định là độ không đảm bảo đo mở rộng ($k=2$; $P=95\%$) thì độ không đảm bảo chuẩn thành phần loại B là giá trị độ không đảm bảo cho trong giấy CNHC chia cho 2.
- (2) Trường hợp độ KĐB trích dẫn là một khoảng có mức tin cậy thì ĐKĐB chuẩn là ĐKĐB trích dẫn chia cho hệ số thích hợp với phân bố chuẩn

Các hệ số tương ứng với 3 mức tin cậy là:

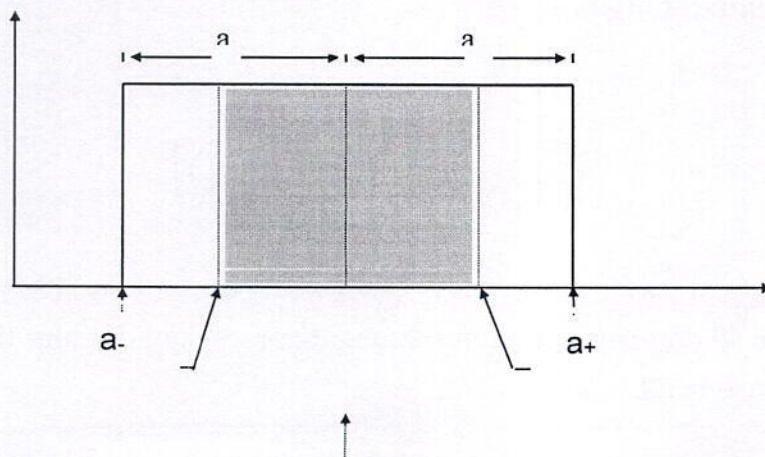
$k=1,64$ ứng với khoảng có mức tin cậy 90 %

$k=1,96$ ứng với khoảng có mức tin cậy 95 %

$k=2,58$ ứng với khoảng có mức tin cậy 99 %

(3) Trường hợp phân bố chữ nhật

Xác suất xuất hiện giá trị ước lượng x_i nằm trong khoảng từ $-a$ đến $+a$ là không đổi, bằng 1 và xác suất để x_i nằm ngoài khoảng đó là bằng "không" (hình 2).



TRUNG TÂM KIỂM SOÁT BỆNH TẬT TỈNH KHÁNH HÒA KHOA XÉT NGHIỆM-CDHA&TDCN	Mã hiệu:	QTQL-16
	Phiên bản:	03
QUY TRÌNH ĐÁNH GIÁ ƯỚC LƯỢNG ĐỘ KHÔNG ĐẢM BẢO ĐO	Ngày ban hành:	17/10/2022
	Trang:	9/22

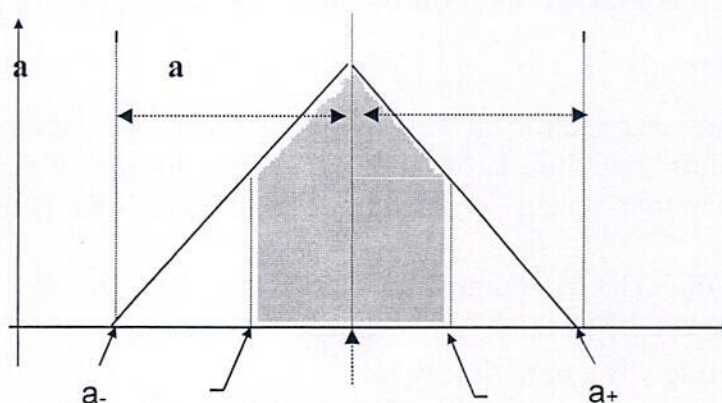
Hình 2: Phân bố chữ nhật

Khi đó giá trị ước lượng $x_i = (a_- + a_+)/2$ và độ không đảm bảo chuẩn là $a/\sqrt{3}$

$$u(x_i) = \frac{a}{\sqrt{3}}$$

(4) Trường hợp phân bố tam giác

Xác suất xuất hiện giá trị ước lượng x_i nằm ở tâm của phân bố (tâm khoảng từ $-a$ đến $+a$) là lớn nhất và xác suất để x_i nằm ngoài khoảng đó là bằng "không" (hình 3).



Hình 3: Phân bố tam giác

Khi đó giá trị ước lượng $x_i = (a_- + a_+)/2$ và độ không đảm bảo chuẩn là $a/\sqrt{6}$

$$u(x_i) = \frac{a}{\sqrt{6}}$$

Bằng cách xác định như vậy, trong một phép đo có thể nhận được: $u_{B1}, u_{B2}, u_{B3}, u_{B4}...$

Độ không đảm bảo chuẩn tổng hợp

$$u_C^2(y) = \sum_{i=1}^N [C_i u(x_i)]^2$$

Trong đó: C_i gọi là hệ số độ nhạy, mô tả ước lượng đầu ra y thay đổi như thế nào theo các giá trị ước lượng của đại lượng đầu vào $x_1, x_2, ..., x_N$

TRUNG TÂM KIỂM SOÁT BỆNH TẬT TỈNH KHÁNH HÒA KHOA XÉT NGHIỆM-CDHA&TDCN	Mã hiệu:	QTQL-16
	Phiên bản:	03
QUY TRÌNH ĐÁNH GIÁ ƯỚC LƯỢNG ĐỘ KHÔNG ĐẢM BẢO ĐO	Ngày ban hành:	17/10/2022
	Trang:	10/22

$u(x_i)$ là độ không đảm bảo chuẩn thành phần.

Hệ số độ nhạy được xác định bằng tỷ lệ thay đổi của đại lượng đầu ra y , theo đại lượng đầu vào, x_i và giá trị của nó thu được bằng cách lấy đạo hàm riêng theo Công thức (15):

$$c_i = \frac{\partial y}{\partial x_i}$$

Trong một số trường hợp, sự biểu diễn các độ không đảm bảo tổng hợp được rút gọn đến dạng đơn giản hơn nhiều.

Đối với các dạng chỉ liên quan tới một kết quả hay một thương số, ví dụ $y = (p \times q \times r \times \dots)$ hay $y = p/(q \times r \times \dots)$, độ không đảm bảo chuẩn tổng hợp được tính như sau:

$$u_c(y) = y \sqrt{\left[\frac{u(p)}{p}\right]^2 + \left[\frac{u(q)}{q}\right]^2 + \dots}$$

Chú ý: phép trừ được xử lý tương tự như phép cộng và phép chia thì tương tự như phép nhân.

Đối với các mục tiêu kết hợp các thành phần không đảm bảo, thì cách thuận tiện nhất để phá bỏ dạng toán học khởi nguồn để sự biểu diễn bao gồm các hoạt động sẽ tuân theo một trong hai nguyên tắc trên. Ví dụ, một phép biểu diễn: $(o+p) / (q+r)$

Cần phải loại bỏ thành hai yếu tố $(o+p)$ và $(q+r)$. Những độ không đảm bảo tạm thời đối với mỗi yếu tố này có thể được tính theo nguyên tắc 1 ở trên; những độ không đảm bảo tạm thời này có thể được kết hợp sử dụng nguyên tắc 2 để đưa ra độ không đảm bảo chuẩn tổ hợp.

Các ví dụ sau minh họa cho cách sử dụng hai quy tắc trên:

Ví dụ 1:

$$y = (p - q + r) \text{ các giá trị ở đây là : } p = 5,02; q = 6,45 \text{ và } r = 9,04.$$

Với độ không đảm bảo chuẩn $u(p) = 0,13$; $u(q) = 0,05$; $u(r) = 0,22$.

$$y = 5,02 - 6,45 + 9,04 = 7,61.$$

$$u(y) = \sqrt{0,13^2 + 0,05^2 + 0,22^2} = 0,26.$$

Ví dụ 2:

$$y = (op / qr). \text{ Trong đó: } o = 2,46; p = 4,32; q = 6,38 \text{ và } r = 2,99.$$

TRUNG TÂM KIỂM SOÁT BỆNH TẬT TỈNH KHÁNH HÒA KHOA XÉT NGHIỆM-CĐHA&TDCN	Mã hiệu:	QTQL-16
	Phiên bản:	03
QUY TRÌNH ĐÁNH GIÁ ƯỚC LƯỢNG ĐỘ KHÔNG ĐẢM BẢO ĐO	Ngày ban hành:	17/10/2022
	Trang:	11/22

Với những độ lệch chuẩn: $u(o) = 0,02$; $u(p) = 0,13$; $u(q) = 0,11$; $u(r) = 0,07$.

$$y = (2,46 \times 4,32) / (6,38 \times 2,99) = 0,56.$$

$$U(y) = 0,56 \times \sqrt{\left(\frac{0,02}{2,46}\right)^2 + \left(\frac{0,13}{4,32}\right)^2 + \left(\frac{0,11}{6,38}\right)^2 + \left(\frac{0,07}{2,99}\right)^2} = 0,56 \times 0,043 = 0,024.$$

Độ không đảm bảo mở rộng

Độ không đảm bảo chuẩn tổng hợp $u_c(y)$ đã thể hiện độ không đảm bảo của kết quả đo, tuy nhiên chưa đảm bảo để xác định một khoảng xung quanh kết quả phép đo mà khoảng này có thể chứa một phần lớn phân bố của các giá trị có thể quy cho đại lượng một cách hợp lý. Khoảng đó được gọi là độ không đảm bảo mở rộng và ký hiệu là U:

$$U = k \cdot u_c(y)$$

Kết quả phép đo được công bố là: $Y = y \pm U$

$$\text{hoặc} \quad y - U \leq Y \leq y + U$$

Để tính độ không đảm bảo mở rộng, k : hệ số phủ được lấy chính bằng 2 ứng với xác suất P = 95 % (GUM)

TRUNG TÂM KIỂM SOÁT BỆNH TẬT TỈNH KHÁNH HÒA KHOA XÉT NGHIỆM-CDHA&TDCN	Mã hiệu:	QTQL-16
	Phiên bản:	03
QUY TRÌNH ĐÁNH GIÁ ƯỚC LƯỢNG ĐỘ KHÔNG ĐẢM BẢO ĐO	Ngày ban hành:	17/10/2022
	Trang:	12/22

Phương pháp tiếp cận để đánh giá và ước lượng

Phương pháp tiếp cận mô hình hóa theo GUM:

Các đại lượng đầu vào

Giá trị: x_i

Độ không đảm bảo chuẩn thành phần:

$u_A(x_i); u_B(x_i)$

Hệ số độ nhạy: $c_i = \frac{\partial y}{\partial x_i}$

$y = (p - q + r)$

$y = (op / qr)$

Kết quả

Kết quả: $y = f(x_1, x_2, \dots, x_N)$

Độ không đảm bảo chuẩn tổng hợp:

$$u_C^2(y) = \sum_{i=1}^N [C_i u(x_i)]^2$$

Hệ số phủ: k

$$u_C(y) = \sqrt{u(p)^2 + u(q)^2 + u(r)^2}$$

$$u_C(y) = y \times \sqrt{\left(\frac{u(o)}{O}\right)^2 + \left(\frac{u(p)}{P}\right)^2 + \left(\frac{u(q)}{q}\right)^2 + \left(\frac{u(r)}{r}\right)^2}$$

Độ không đảm bảo mở rộng:

$$U = k \cdot u_C(y)$$

$k = 2$ P xấp xỉ: 95%

Phương pháp tiếp cận thẩm định đơn phòng.

Nguyên lý cơ bản của cách tiếp cận thực nghiệm thẩm định đơn phòng là tổng hợp độ KKĐBĐ từ các ước lượng **độ chụm** và **độ chệch** trong phạm vi của một PTN.

- Độ chụm (precision): độ chụm là thước đo của độ lặp lại và độ tái lặp. Độ chụm được đánh giá thông qua các thông số đặc trưng của phương pháp phân tích: độ lệch chuẩn lặp lại S_r , độ lệch chuẩn tái lặp SR (ISO 3534-1)

TRUNG TÂM KIỂM SOÁT BỆNH TẬT TỈNH KHÁNH HÒA KHOA XÉT NGHIỆM-CĐHA&TDCN	Mã hiệu:	QTQL-16
	Phiên bản:	03
QUY TRÌNH ĐÁNH GIÁ ƯỚC LƯỢNG ĐỘ KHÔNG ĐẢM BẢO ĐO	Ngày ban hành:	17/10/2022
	Trang:	13/22

- + Độ lệch chuẩn lặp lại S_r : thực hiện thử nghiệm trên các mẫu thử đồng nhất, cùng phương pháp, trong cùng một phòng thí nghiệm, cùng người thao tác và sử dụng cùng một thiết bị, trong khoảng thời gian ngắn
- + Độ lệch chuẩn tái lập S_R thực hiện thử nghiệm trên các mẫu thử đồng nhất thực hiện cùng một phương pháp, trong phòng thí nghiệm, với những người thao tác khác nhau, sử dụng thiết bị khác nhau
- Công thức tính:

$$S_r = S_R = \sqrt{\frac{1}{(n-1)} \sum_{j=1}^n (x_j - \bar{x})^2}$$

Độ KĐBĐ được ước lượng bằng căn bậc hai của tổng bình phương độ lệch chuẩn S đặc trưng cho độ chụm của phép đo và một ước lượng độ chệch b theo phương trình:

$$u = \sqrt{(S^2 + b^2)}$$

Dữ liệu về độ chụm:

- S_r : Độ lệch chuẩn lặp lại trong PTN
- S_R : Độ lệch chuẩn tái lập trong PTN

$$S = \sqrt{(S_r^2 + S_R^2)}$$

Dữ liệu về độ chệch:

- Δ : Độ lệch giữa giá trị trung bình kết quả đo lặp với giá trị của chất chuẩn sử dụng.
- u_{ref} : Độ KĐBĐ của chất chuẩn sử dụng cho trong chứng nhận.
- $u_r = \frac{S_r}{\sqrt{n}}$: Độ KĐBĐ từ độ chụm lặp lại

$$b = \sqrt{(\Delta^2 + u_{ref}^2 + \frac{S_r^2}{n})}$$

Phương pháp tiếp cận sử dụng dữ liệu thử nghiệm thành thạo.

Proficiency Testing-PT

Khi tham gia thành công vào thử nghiệm PT, PTN nhận được số Z -core, nghĩa là:

TRUNG TÂM KIỂM SOÁT BỆNH TẬT TỈNH KHÁNH HÒA KHOA XÉT NGHIỆM-CDHA&TDCN	Mã hiệu:	QTQL-16
	Phiên bản:	03
QUY TRÌNH ĐÁNH GIÁ ƯỚC LƯỢNG ĐỘ KHÔNG ĐẢM BẢO ĐO	Ngày ban hành:	17/10/2022
	Trang:	14/22

$$Z = \frac{X_{tb} - X_{ref}}{S_R}$$

Trong đó X_{tb} là kết quả của PTN đã thu được để gửi cho cơ quan tổ chức

X_{ref} là giá trị ấn định (đối chứng) của mẫu thử

S_R là độ lệch chuẩn

Tương tự như cách tiếp cận đơn phòng, độ không đảm bảo đo có thể được ước lượng bằng:

$$u = \sqrt{(S^2 + b^2)}$$

Dữ liệu về độ chụm:

- $S = S_r$: Độ lệch chuẩn lặp lại trong PTN

Dữ liệu về độ chệch:

Δ : Độ lệch giữa giá trị trung bình kết quả đo lặp với giá trị của chất chuẩn sử dụng. Δ

$$= X_{tb} - X_{ref}$$

- u_{ref} : Độ KĐBĐ của giá trị đã được ấn định làm giá trị đối chứng cho trong báo cáo PT.

- $u_r = \frac{S_r}{\sqrt{n}}$: Độ KĐBĐ từ độ chụm lặp lại

$$b = \sqrt{(\Delta^2 + u_{ref}^2 + \frac{S_r^2}{n})}$$

MỘT SỐ VÍ DỤ ÁP DỤNG

Ví dụ 1 : Độ không đảm bảo của thể tích dung dịch khi đổ dung môi vào bình định mức 100 ml đến vạch định mức?

Phân tích dữ liệu:

- Đổ vào bình định mức cấp A 100 mL và thực hiện 10 lần cân, tính độ lệch chuẩn của giá trị trung bình là 0,01732 mL.
- Quy định kỹ thuật của nhà SX cho bình có sai số là $\pm 0,08$ mL.
- Hệ số nở của dung môi hữu cơ là $1 \times 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$
- Sự chênh lệch nhiệt độ là $\pm 3 \text{ } ^\circ\text{C}$

Tính

+ Độ KĐB thành phần loại A chính là độ lệch chuẩn thực nghiệm của giá trị trung bình :

TRUNG TÂM KIỂM SOÁT BỆNH TẬT TỈNH KHÁNH HÒA KHOA XÉT NGHIỆM-CĐHA&TDCN	Mã hiệu:	QTQL-16
	Phiên bản:	03
QUY TRÌNH ĐÁNH GIÁ ƯỚC LƯỢNG ĐỘ KHÔNG ĐẢM BẢO ĐO	Ngày ban hành:	17/10/2022
	Trang:	15/22

$$u_A(V) = 0,01732 \text{ mL}$$

+Từ quy định kỹ thuật của nhà SX cho sai số của bình là $\pm 0,08 \text{ mL}$ được quy về phân bố chữ nhật có độ KĐB chuẩn thành phần của thể tích loại B:

$$u_{B1}(V) = 0,08 \text{ mL} / \sqrt{3} = 0,046 \text{ mL}$$

+ Sự giãn nở thể tích do nhiệt độ biến động là $\pm \Delta t$ thì sai số do sự giãn nở thể tích của dụng cụ có thể tích V là $\pm \Delta t.V.\alpha$, trong đó $\alpha = 1 \times 10^{-3} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ là hệ số giãn nở nhiệt của dung môi hòa tan. Xem biến động của nhiệt độ có phân bố chuẩn, từ đó độ KĐB của thành phần này là (mức tin cậy 95%)

$$u_{B2}(V) = \Delta t.V.\alpha / 2 = 3 \times 100 \text{ mm} \times 1 \times 10^{-3} \text{ }^\circ\text{C}^{-1} = 0,15 \text{ mL}$$

Tổng hợp cả 3 thành phần độ KĐB trên ta có độ KĐB đo của thể tích là:

$$u_C(V) = \sqrt{u_A^2 + u_{B1}^2 + u_{B2}^2} = \sqrt{0,0173^2 + 0,046^2 + 0,15^2} = 0,16 \text{ mL}$$

Ví dụ 2: Xác định độ KĐBĐ tại mức cân 100 g của một cân phân tích có mức cân lớn nhất $\max = 120 \text{ g}$, $d = 0,1 \text{ mg}$ được hiệu chuẩn bằng quả cân 100 g cấp chính xác (CCX) E₂. Độ tuyến tính của cân là $\pm 0,1 \text{ mg}$ do nhà sản xuất cung cấp.

Cân lặp lại 6 lần quả cân 100 g và đặt lại điểm không của chỉ thị sau mỗi lần cân; các giá trị chỉ thị là : 99,9999 ; 99,9998 ; 99,9999 ; 100,0000 ; 99,9999 ; 99,9998 g.

Các thành phần của độ KĐBĐ gồm :

u_A : độ phân tán của kết quả đo lặp lại 6 lần

u_{B1} : sai số của quả cân chuẩn 100 g cấp chính xác E₂

u_{B2} : độ phân giải của chỉ thị

u_{B3} : độ tuyến tính của cân

Tính toán cụ thể :

1) Tính u_A

Độ lệch chuẩn S sau 6 lần đo :

$$S = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^6 (x_i - \bar{x})^2}$$

$$S = 0,08 \text{ mg}$$

TRUNG TÂM KIỂM SOÁT BỆNH TẬT TỈNH KHÁNH HÒA KHOA XÉT NGHIỆM-CĐHA&TDCN	Mã hiệu:	QTQL-16
	Phiên bản:	03
QUY TRÌNH ĐÁNH GIÁ ƯỚC LƯỢNG ĐỘ KHÔNG ĐẢM BẢO ĐO	Ngày ban hành:	17/10/2022
	Trang:	16/22

Do đó:

$$u_A = s / \sqrt{n}$$

$$= 0,03 \text{ mg}$$

2) Tính u_{B1}

Quả cân 100 g CCX E₂ có sai số lớn nhất theo OIML R 111 là $\pm 0,15$ mg, nửa độ rộng $a = 0,15$ mg

$$u_{B1} = a / \sqrt{3} \text{ (Phân bố chữ nhật)}$$

$$= 0,09 \text{ mg}$$

3) Tính u_{B2}

Độ phân giải của cân là $d = 0,1$ mg nên nửa độ rộng $a = 0,05$ mg

$$u_{B2} = a / \sqrt{3} \text{ (Phân bố chữ nhật)}$$

$$= 0,03 \text{ mg}$$

4) Tính u_{B3}

Độ tuyến tính của cân là $\pm 0,1$ mg do nhà sản xuất cung cấp, nửa độ rộng $a = 0,1$ mg

$$u_{B3} = a / \sqrt{3} \text{ (Phân bố chữ nhật)}$$

$$= 0,06 \text{ mg}$$

5) Tính độ KĐBĐ tổng hợp u_c

$$u_c = \sqrt{u_A^2 + u_{B1}^2 + u_{B2}^2 + u_{B3}^2}$$

$$= \sqrt{0,03^2 + 0,09^2 + 0,03^2 + 0,06^2}$$

$$= 0,1 \text{ mg}$$

6) Tính độ KĐBĐ mở rộng

$$U = k \times u_c$$

$$= 2 \times 0,1 \text{ mg}$$

$$= 0,2 \text{ mg}$$

TRUNG TÂM KIỂM SOÁT BỆNH TẬT TỈNH KHÁNH HÒA KHOA XÉT NGHIỆM-CĐHA&TDCN	Mã hiệu:	QTQL-16
	Phiên bản:	03
QUY TRÌNH ĐÁNH GIÁ ƯỚC LƯỢNG ĐỘ KHÔNG ĐẢM BẢO ĐO	Ngày ban hành:	17/10/2022
	Trang:	17/22

7) Báo cáo kết quả

Độ KĐBĐ mở rộng tại mức cân 100 g là $\pm 0,2$ mg với $k = 2$, mức tin cậy 95%.

Giả sử dùng quả cân 100 g CCX F₁ để hiệu chuẩn cân thay vì quả cân 100 g CCX E₂, quả cân 100 g CCX F₁ có sai số lớn nhất theo OIML R111 là $\pm 0,5$ mg, nửa độ rộng $a = 0,5$ mg do đó :

$$u_{B1} = a / \sqrt{3}$$

$$= 0,3 \text{ mg}$$

Tiếp tục tính như trên sẽ tìm được $u_c = 0,3$ mg và $U = 0,6$ mg, tức là độ KĐBĐ mở rộng đã tăng 3 lần so với trường hợp dùng quả cân chuẩn 100 g CCX E₂ để hiệu chuẩn cân.

Ví dụ 3: Xác định độ KĐBĐ của phép đo thể tích

Độ KĐB chuẩn kiểu B : gồm có các thành phần sau đây :

- Sai số của dụng cụ do nhà sản xuất công bố là $\pm \Delta V$ (ví dụ pipet 25 mL có sai số $\pm 0,04$ mL), giả định rằng sai số có phân bố tam giác, độ KĐB của thành phần này là:

$$u_{B1}(V) = \Delta V / \sqrt{6}$$

nửa độ rộng $a = 0,04$ mL

$$\Rightarrow u_{B1}(25) = 0,04 \text{ mL} / \sqrt{6} = 0,016 \text{ mL}$$

- Sự giãn nở thể tích do nhiệt độ : giả sử biến động của nhiệt độ là $\pm \Delta t$ thì sai số do sự giãn nở thể tích của dụng cụ có thể tích V là $\pm \Delta t \cdot V \cdot \alpha$, trong đó $\alpha = 2,1 \cdot 10^{-4}$ mL/ °C là hệ số giãn nở nhiệt của nước. Xem biến động của nhiệt độ có phân bố chuẩn, từ đó độ KĐB của thành phần này là (mức tin cậy 95%)

$$u_{B2}(V) = \Delta t \cdot V \cdot \alpha / 2 \quad (4.2)$$

Ví dụ bình định mức 250 mL, biến động nhiệt là $\pm 5^\circ\text{C} \Rightarrow u_{B2}(250) = 0,134$ mL

- Đối với buret còn có thành phần thứ ba là sai số khi đọc thể tích, được ước lượng bằng $\frac{1}{2}$ vạch chia nhỏ nhất hoặc khả năng đọc nhỏ nhất, ký hiệu ΔV_d . Độ KĐB của thành phần này là

$$u_{B3}(V) = \Delta V_d / \sqrt{3} \quad (4.3)$$

Ví dụ : giá trị vạch chia nhỏ nhất là 0,1 mL $\Rightarrow \Delta V_d = 0,05$ mL $\Rightarrow u_{B3} = 0,029$ mL.

Độ KĐBĐ chuẩn tổng hợp :

TRUNG TÂM KIỂM SOÁT BỆNH TẬT TỈNH KHÁNH HÒA KHOA XÉT NGHIỆM-CĐHA&TDCN	Mã hiệu:	QTQL-16
	Phiên bản:	03
QUY TRÌNH ĐÁNH GIÁ ƯỚC LƯỢNG ĐỘ KHÔNG ĐẢM BẢO ĐO	Ngày ban hành:	17/10/2022
	Trang:	18/22

$$u_c(V) = \sqrt{u_{B1}^2 + u_{B2}^2 + u_{B3}^2 + u_A^2} \quad (4.4)$$

Độ KĐBĐ mở rộng :

$$U = k \times u_c(V) \quad (4.5)$$

với $k = 2$, mức tin cậy 95%

Ví dụ 4 : Xác định độ KĐBĐ của máy đo pH

Tóm tắt qui trình :

Sử dụng máy đo pH có đặc tính kỹ thuật như sau :

- a) Thang đo pH : (0 – 14)
- b) Độ phân giải : 0,01
- c) Thang đo điện thế : (-399,9 mV đến +399,9 mV)
- d) Thang đo nhiệt độ : (0,0°C đến 100,0°C)
- e) Bù trừ nhiệt độ tự động

Máy đo pH được hiệu chuẩn tại 2 điểm bằng dung dịch đệm có pH 4.01 và 7.00 ở 25°C, độ chính xác pH $\pm 0,01$.

Sau đó đo lặp lại 6 lần với dung dịch đệm có pH 7.00 để ước lượng độ không đảm bảo đo của phép đo.

Tính độ không đảm bảo đo :

Các thành phần của ĐKĐBĐ gồm :

u_A : độ phân tán của kết quả đo lặp lại 6 lần

u_{B1} : do độ chính xác pH của dung dịch đệm

u_{B2} : do ảnh hưởng của nhiệt độ dung dịch

u_{B3} : do độ phân giải của chỉ thị

Tính toán cụ thể :

1. Tính u_A

Sau 6 lần đo với các kết quả đọc trên máy như sau : 7.00; 7.01; 7.01; 7.00; 7.01; 7.00

Tính độ lệch chuẩn s sau 6 lần đo :

TRUNG TÂM KIỂM SOÁT BỆNH TẬT TỈNH KHÁNH HÒA KHOA XÉT NGHIỆM-CĐHA&TDCN	Mã hiệu:	QTQL-16
	Phiên bản:	03
QUY TRÌNH ĐÁNH GIÁ ƯỚC LƯỢNG ĐỘ KHÔNG ĐẢM BẢO ĐO	Ngày ban hành:	17/10/2022
	Trang:	19/22

$$s = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^6 (x_i - x_{tb})^2}$$

$$s = 0,005$$

Do đó:

$$u_A = s / \sqrt{6}$$

$$= 0,002$$

2. Tính u_{B1}

Dung dịch đệm có độ chính xác pH $\pm 0,01$, vì vậy nửa độ rộng $a = 0,01$

Do đó :

$$u_{B1} = a / \sqrt{3} \text{ (Phân bố chữ nhật)}$$

$$u_{B1} = 0,01 / \sqrt{3}$$

$$= 0,006$$

3. Tính u_{B2}

Do ảnh hưởng của nhiệt độ dung dịch, mặc dù máy đo đã có chức năng bù trừ nhiệt độ tự động. nhưng sự bù trừ không phải là tuyệt đối mà được ước lượng khoảng nửa vạch chia tức là 0,005.

$$u_{B2} = 0,005 / \sqrt{3}$$

$$= 0,003$$

4. Tính u_{B3}

Độ phân giải của máy đo là 0,01, hàng số lẻ thứ 3 không đọc được nên giá trị sẽ dao động trong khoảng $a = \pm 0,005$, phân bố chữ nhật :

$$u_{B2} = 0,005 / \sqrt{3}$$

$$= 0,003$$

5. Tính u_C

$$u_C = \sqrt{u_A^2 + u_{B1}^2 + u_{B2}^2 + u_{B3}^2}$$

$$= \sqrt{0,002^2 + 0,006^2 + 0,003^2 + 0,003^2}$$

$$= 0,0077$$

TRUNG TÂM KIỂM SOÁT BỆNH TẬT TỈNH KHÁNH HÒA KHOA XÉT NGHIỆM-CĐHA&TDCN	Mã hiệu:	QTQL-16
	Phiên bản:	03
QUY TRÌNH ĐÁNH GIÁ ƯỚC LƯỢNG ĐỘ KHÔNG ĐẢM BẢO ĐO	Ngày ban hành:	17/10/2022
	Trang:	20/22

6. Tính độ KĐBĐ rộng U :

$$\begin{aligned}
 U &= k \times u_c \\
 &= 2 \times 0,0077 \\
 &= 0,02
 \end{aligned}$$

7. Báo cáo kết quả

Giá trị trung bình sau 6 lần đo là 7,01 với độ không đảm bảo đo là $\pm 0,02$ với hệ số bao phủ $k = 2$ mức tin cậy 95%.

Ví dụ 5. Tính độ không đảm bảo chuẩn của nồng độ một dung dịch.

Dung dịch chuẩn độ:

- Hoà tan khoảng 100 mg vật liệu, độ tinh khiết ($99,9 \pm 0,1$) %;
- Lượng vật liệu được cân bằng cân 4 số, CNHC của cân cho độ KĐB đo là $\pm 0,0004$ g với mức tin cậy 95 %;
- Bình định mức 100 mL

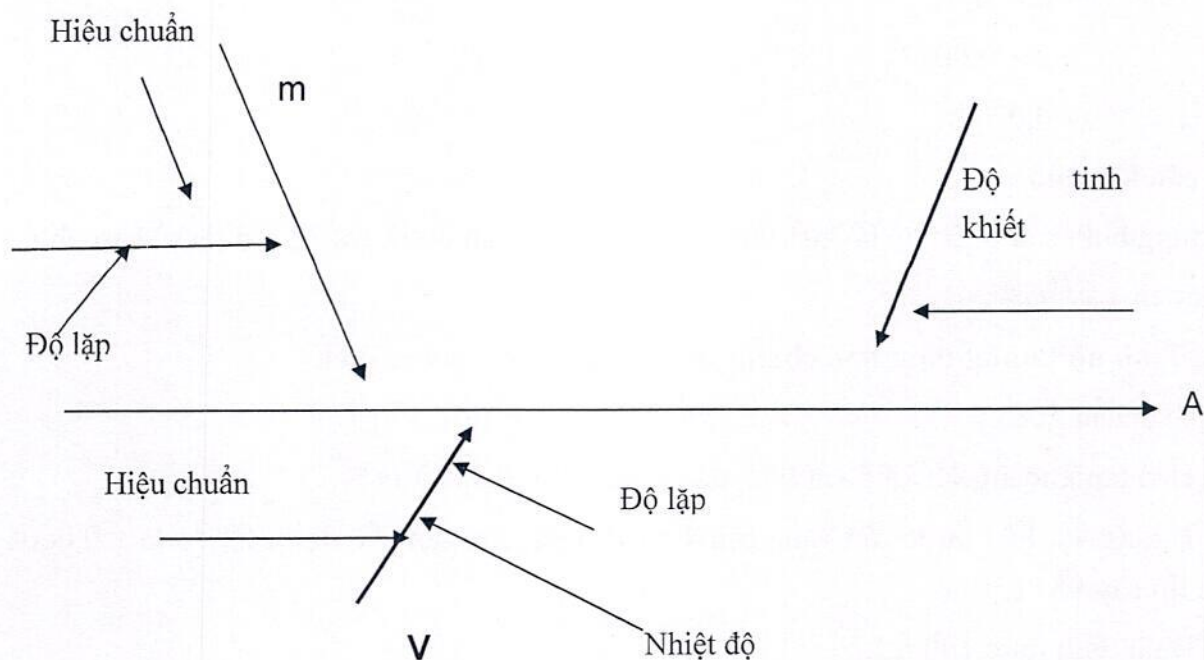
Tính

Phân tích các nguồn độ KĐB

- ✓ Cân vật liệu để chuẩn bị dung dịch
- ✓ Độ tinh khiết của vật liệu
- ✓ Thể tích cuối cùng của dung dịch

TRUNG TÂM KIỂM SOÁT BỆNH TẬT TỈNH KHÁNH HÒA KHOA XÉT NGHIỆM-CDHA&TDCN	Mã hiệu:	QTQL-16
	Phiên bản:	03
QUY TRÌNH ĐÁNH GIÁ ƯỚC LƯỢNG ĐỘ KHÔNG ĐẢM BẢO ĐO	Ngày ban hành:	17/10/2022
	Trang:	21/22

Biểu đồ



Tính/ước lượng các độ KĐB thành phần

Tính/ước lượng độ KĐB đo thành phần của cân:

- Cân lặp lại quả cân 100 mg có độ lệch chuẩn là 0,000041 g.

$$u_A(m) = 0,000041 \text{ g} = 0,041 \text{ mg}$$

-Độ KĐB loại B từ số liệu hiệu chuẩn cân là:

$$0,0004/2 = 0,0002 \text{ g} = 0,200 \text{ mg}$$

Tổng hợp các thành phần trên ta có độ KĐB đo của khối lượng vật liệu là

$$\Rightarrow u_m = \sqrt{0.200^2 + 0.041^2} = 0.208 \text{ mg}$$

Tính/ước lượng độ KĐB đo thành phần từ độ tinh khiết của vật liệu:

$$u_p = \frac{0.1}{\sqrt{3}} = 0.00058\%$$

Tính/ước lượng độ KĐB đo thành phần từ thể tích cuối cùng:

Xem ví dụ 1 của bình định mức 100 mL là 0,16 mL

$$\text{Nồng độ dung dịch } C \text{ (mg/L)} = \frac{M \times P}{V} \times 1000 = \frac{100,5 \times 99,9}{100} \times 1000 = 1004,0 \text{ mg/L}$$

TRUNG TÂM KIỂM SOÁT BỆNH TẬT TỈNH KHÁNH HÒA KHOA XÉT NGHIỆM-CDHA&TDCN	Mã hiệu:	QTQL-16
	Phiên bản:	03
QUY TRÌNH ĐÁNH GIÁ ƯỚC LƯỢNG ĐỘ KHÔNG ĐẢM BẢO ĐO	Ngày ban hành:	17/10/2022
	Trang:	22/22

Trong đó: M là khối lượng vật liệu sử dụng $M = 100,5 \text{ mg}$

P là độ tinh khiết của vật liệu sử dụng

V thể tích của dung dịch (mL)

Vì trong phép tính nồng độ chỉ bao gồm các phép nhân và chia, các thành phần độ KĐB đo trên được tổng hợp như các độ lệch chuẩn tương đối(xem mục 5.3).

$$u_c = 1004 \times \sqrt{\left(\frac{0,208}{100,5}\right)^2 + \left(\frac{0,00058}{0,999}\right)^2 + \left(\frac{0,16}{100}\right)^2} = 2,69 \text{ mg / l.}$$

6. BIỂU MẪU/HỒ SƠ

TT	Tên biểu mẫu	Mã hiệu	Nơi lưu	Thời gian
1	Hồ sơ đánh giá ước lượng độ không đảm bảo đo	N/A	Khoa Xét nghiệm	3 năm

