



سیستم مدیریت ایزو
www.isomanagement.ir

تماس تلفنی جهت دریافت مشاوره:

۱. مشاور دفتر تهران (آقای محسن ممیز)

☎ ۰۹۱۲ ۹۶۳ ۹۳۳۶

۲. مشاور دفتر اصفهان (سرکار خانم لیلا ممیز)

☎ ۰۹۱۳ ۳۲۲ ۸۲۵۹

مجموعه سیستم مدیریت ایزو با هدف بهبود مستمر عملکرد خود و افزایش رضایت مشتریان سعی بر آن داشته، کلیه استانداردهای ملی و بین المللی را در فضای مجازی نشر داده و اطلاع رسانی کند، که تمام مردم ایران از حقوق اولیه شهروندی خود آگاهی لازم را کسب نمایند و از طرف دیگر کلیه مراکز و کارخانه جات بتوانند به راحتی به استانداردهای مورد نیاز دسترسی داشته باشند.

این موسسه اعلام می دارد در کلیه گرایشهای سیستم های بین المللی ISO پیشگام بوده و کلیه مشاوره های ایزو به صورت رایگان و صدور گواهینامه ها تحت اعتبارات بین المللی سازمان جهانی IAF و تامین صلاحیت ایران می باشد.

هم اکنون سیستم خود را با معیارهای جهانی سازگار کنید...





جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۵۹۴۸

چاپ اول

۱۳۹۷

INSO
15948
1stEdition
2019

Identical with
ISO 12963:2017

تجزیه گاز – روش‌های مقایسه‌ای تعیین
ترکیب مخلوط گازها براساس کالیبراسیون
یک یا دو نقطه‌ای

**Gas analysis – Comparison methods for the
determination of the composition of gas
mixtures based on one – and two point
calibration**

ICS:71.040.40

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۸۱۱۴-۳۲۸۰ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.gov.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No.2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.gov.ir

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه 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.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، 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 for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«تجزیه گاز - روش‌های مقایسه‌ای تعیین ترکیب مخلوط گازها براساس کالیبراسیون یک یا دو نقطه»

رئیس:

نایب رئیس - شرکت آزمون گرانانو کیفیت

رحمت پناه، روژین
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

دبیر:

رئیس اداره اوزان و اندازه‌شناسی - اداره کل استاندارد استان
کردستان

راه هدایت، فیروزه
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

رئیس اداره امور تدوین - اداره کل استاندارد استان کردستان

آغهمیری، نهدسیرین
(کارشناسی ارشد میکروبیولوژی)

مدیر کنترل کیفیت - شرکت صنایع رنگ آلتون

ابراهیمی، شرمین
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

مدیر کنترل کیفیت - شرکت پتروشیمی غرب آوان

امیری، شعله
(کارشناسی ارشد نانو شیمی)

مدیر کنترل کیفیت - شرکت گیاهان دارویی شفا

بزدوده، فاطمه
(کارشناسی شیمی کاربردی)

معاون ارزیابی انطباق - اداره کل استاندارد استان کردستان

بطی، فرید
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

مدیرعامل - شرکت گیاهان دارویی شفا

حسینی، مصلح
(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی نانو)

مدیر توسعه و صنعتی‌سازی - شرکت لاستیک بارز کردستان

عزتی، پیمان
(دکتری مهندسی پلیمر)

معاون استانداردها و آموزش - اداره کل استاندارد استان
کردستان

یزدانی، ژیلدا
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

ویراستار:

معاون ارزیابی انطباق - اداره کل استاندارد استان کردستان

بطی، فرید
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

فهرست مندرجات

| صفحه | عنوان |
|------|---|
| و | پیش‌گفتار |
| ز | مقدمه |
| ۱ | ۱ هدف و دامنه کاربرد |
| ۱ | ۲ مراجع الزامی |
| ۲ | ۳ اصطلاحات و تعاریف |
| ۲ | ۴ نمادها |
| ۳ | ۵ کوتاه‌نوشت‌ها |
| ۳ | ۶ الزامات |
| ۳ | ۱-۶ الزامات عمومی |
| ۴ | ۲-۶ روش‌های کالیبراسیون |
| ۵ | ۷ فرایند اصلی |
| ۵ | ۱-۷ پیش‌نیازها |
| ۵ | ۲-۷ مراحل انجام |
| ۶ | ۳-۷ طراحی‌های اندازه‌گیری و کالیبراسیون |
| ۱۰ | ۸ ارزیابی عملکرد سیستم اندازه‌گیری |
| ۱۰ | ۱-۸ کلیات |
| ۱۲ | ۲-۸ منابع ارزیابی عملکرد داده‌ها و روش جایگزین |
| ۱۳ | ۹ اطمینان کیفی اندازه‌ها |
| ۱۳ | ۱-۹ معتبرسازی فرضیات ساخته‌شده |
| ۱۳ | ۲-۹ بررسی پایداری یا ناپایداری سیستم اندازه‌گیری |
| ۱۵ | ۱۰ گزارش نتایج |
| ۱۵ | ۱-۱۰ شواهد کالیبراسیون گازی |
| ۱۵ | ۲-۱۰ گزارش نتایج آزمون |
| ۱۶ | پیوست الف (الزامی) بررسی مورد نیاز برای پایداری سیستم وقتی از روش‌های انطباق - کامل و روش محدودسازی استفاده می‌شود. |
| ۱۸ | پیوست ب (الزامی) آمارها و ضرائب حساسیت استفاده شده در بند ۷ |
| ۱۹ | پیوست پ (الزامی) روش جایگزین برای تعیین توزیع غیرخطی |
| ۲۱ | پیوست ت (آگاهی دهنده) مثال حل شده |
| ۲۵ | پیوست ث (آگاهی دهنده) استفاده از طرح‌های بدون ارزیابی عملکرد |
| ۲۷ | کتاب‌نامه |

پیش‌گفتار

استاندارد «تجزیه گاز – روش‌های مقایسه‌ای تعیین ترکیب مخلوط گازها براساس کالیبراسیون یک یا دو نقطه» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی به عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شماره ۵ تهیه و تدوین شده، در یک‌هزار و ششصد و هشتاد و سومین اجلاس کمیته ملی استاندارد صنایع شیمیایی مورخ ۹۷/۱۱/۲۸ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران - ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود، در هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط، مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی زیر به روش «معادل یکسان» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی می‌باشد و معادل یکسان استاندارد بین‌المللی مزبور است:

ISO 12963: 2017, Gas analysis – Comparison methods for the determination of the composition of gas mixtures based on one – and two point calibration

مقدمه

روش‌های مقایسه‌ای در ISO 6143 براساس کالیبراسیون چند نقطه‌ای توضیح داده شده است. که برای همه برنامه‌های کاربردی در آنالیز گازها جهت تعیین اجزاء مخلوط گازی کالیبراسیونی از نظر تئوری مناسب و مورد استفاده می‌باشد. در اکثر موارد روش‌های کالیبراسیون ساده‌تر مورد استفاده قرار می‌گیرند. این روش‌ها معمولاً نیازمند تعداد کمتری از مخلوط‌های گازی کالیبراسیون می‌باشد. وسایل کالیبراسیون یک یا دو نقطه‌ای در صنعت گاز و موسسات ملی اوزان و مقیاس به طور وسیع مورد استفاده قرار می‌گیرند. آنها اغلب بین فعالیت‌ها و هزینه‌ها از یک سو و صحت آنها از سوی دیگر سازگاری نسبتاً خوبی برقرار می‌کنند، این روش‌های ساده‌تر (یک نقطه‌ای یا دو نقطه‌ای نسبت به چند نقطه‌ای) به تایید شرایط مورد استفاده که صحت گذاری شده باشد نیاز دارد.

هدف از این استاندارد ملی توضیح روش‌های اندازه‌گیری و روشهای ارزیابی داده براساس کالیبراسیون یک یا دو نقطه می‌باشد، شرایط اجرا و محدودیت‌های این روش‌ها، از روش‌های تجزیه‌ای مورد نیاز، به‌وضوح تعیین و بدست آمده‌اند.

این استاندارد ارزیابی‌ها، محاسبات و توضیح عدم قطعیت‌های اندازه‌گیری شده، ناشی از اجزاء مهم در روش‌های مختلف اندازه‌گیری را تشریح می‌کند.

تجزیه گاز – روش‌های مقایسه‌ای تعیین ترکیب مخلوط گازها براساس کالیبراسیون یک یا دو نقطه‌ای

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارائه روش‌هایی برای:

- کالیبره کردن دستگاه با یک یا دو مخلوط گازی کالیبراسیونی؛
- تعیین اجزای یک نمونه گازی؛
- ارزیابی عدم قطعیت اجزای نمونه گازی نسبت به عدم قطعیت ترکیب گازهای کالیبراسیونی مورد استفاده و سهم فرایندهای اندازه‌گیری.

این استاندارد پس از ارائه الزامات، معیارهای قابل قبول برای به کارگیری طرح‌های متفاوت اندازه‌گیری کالیبراسیونی با تعداد محدودی (برای مثال کمینه) تعداد از مخلوط‌های گازی مورد استفاده در کالیبراسیون را بیان می‌کند.

روش‌های موجود در این استاندارد فقط برای موارد زیر کاربرد دارد:

الف- تشریح مقدار جزئی مواد؛

ب- سایر کمیت‌های ماده (مانند کسرهای جرمی، کسرهای حجمی و غلظت‌ها).

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به‌صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده‌است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده‌است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 ISO 6141, Gas analysis – contents of certificates for calibration gas mixtures

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۱۰۵۱: سال ۱۳۹۴، تجزیه گاز- مندرجات گواهی نامه های مخلوط های گاز کالیبراسیون، با استفاده از استاندارد ISO 6141: 2015 تدوین شده است.

2-2 ISO 6143, Gas analysis – comparison methods determining and checking the comparison of calibration gas mixtures

2-3 ISO 7504, Gas analysis – vocabulary

- 2-4 ISO/IEC Guide 98-3: 2008, uncertainty in measurement- Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)
- 2-5 ISO/IEC Guide 99, International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated

۳ اصطلاحات و تعاریف

هدف در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف ارائه شده در استانداردهای ISO/IEC Guide 98-3 و ISO/IEC Guide 99 به کار می‌رود.^۱

۴ نمادها

| | |
|--------------|---|
| α_j | ضریب بهترین تابع کالیبراسیون موجود $f(j=0,1,\dots,N)$ ، $N \leq 3$ در روش ارزیابی عملکرد تعیین شد که در آن N درجه چندجمله‌ای است؛ |
| b_j | پارامترهای تابع تجزیه‌ای ساده شده $g(j=0, 1)$ ؛ |
| β_i | پارامترهای بهترین تابع تجزیه‌ای موجود $g(j=0,1,\dots,N)$ با $3 \leq N$ که در روش ارزیابی عملکرد به عنوان درجه چندجمله‌ای تعیین شد. |
| f | تابع کالیبراسیون $y = f(x)$ |
| g | تابع تجزیه‌ای $x = g(y)$ |
| k | پارامتر پوشش |
| m | تعداد اندازه گیری‌های تکرار شده. |
| N | درجه چندجمله‌ای |
| R | محدوده مقدار جزئی ماده، که در آن روش انتخابی کالیبراسیون برای ترکیب نمونه‌های مجهول به کار رفته است |
| $U(q)$ | عدم قطعیت بسط یافته وابسته به مقدار q ، $U(q) = k \times u(q)$ |
| $u(q)$ | عدم قطعیت استاندارد وابسته به مقدار q |
| $u(\Delta)$ | عدم قطعیت توزیع به دلیل انحراف‌های صفر و تجزیه‌گرهای غیرخطی |
| $u^2(q)$ | واریانس وابسته به مقدار q |
| x | مقدار جزئی |
| (x_i, y_i) | نقطه یا نقطه‌های کالیبراسیونی $(i = 1, 2, \dots, n)$ به تعداد n |
| $y(l)$ | پاسخ دستگاهی، (l) نشان دهنده تعداد تکرار است |
| \bar{y} | میانگین تکرارپذیری پاسخ‌های دستگاهی |

۱- اصطلاحات و تعاریف به کار رفته در استانداردهای ISO و IEC در وبگاه <http://www.iso.org/> و <http://www.electropedia.org/> قابل دسترس است.

| | |
|----------------|--|
| Γ | آزمون تطابق، اندازه‌گیری محدود یک نقطه کالیبراسیون با محاسبه تابع تجزیه‌ای یا کالیبراسیونی |
| Δ | خطا به دلیل انحراف صفر و تجزیه‌گر غیرخطی |
| δ | خطا |
| $\bar{\delta}$ | متوسط خطا |

۵ کوتاه نوشت‌ها

| | |
|--------|--|
| b | شاهد |
| GLS | کمترین مجذورات کلی |
| MPC | کالیبراسیون چند نقطه‌ای |
| Re | اندازه‌گیری مرجع تطبیقی |
| r | زیرنویس یک مخلوط گازی کالیبراسیونی |
| r1, r2 | محدودسازی اجزای نمونه مجهول کالیبراسیون مخلوط های گازی |
| S | نمونه‌گازی مجهول |
| s | زیرنویس یک نمونه گازی مجهول |
| SSD | مجموع وزنی مجذور انحرافات |
| SPEM | کالیبراسیون تک- نقطه‌ای انطباق - کامل |
| SPO | کالیبراسیون تک نقطه‌ای از طریق اندازه‌گیری مرجع |
| TPB | کالیبراسیون دو نقطه‌ای با استفاده از یک نقطه و شاهد |
| TPC | کالیبراسیون دو نقطه‌ای |

۶ الزامات

۱-۶ الزامات عمومی

هر جزء مشخص شده یک مخلوط گازی بوسیله مقداری از آن جزء با یک اندازه‌گیری مجزا تعیین می‌شود، از هر جزء مشخص شده، کلمه "مجزا" بیانگر مستقل بودن هر پاسخ بدست آمده برای هر جزء نسبت به سایر اجزاء می‌باشد. با یک دستگاه یکسان مانعی برای بدست آوردن چندین پاسخ برای چندین ترکیب وجود ندارد، بنابراین پاسخ‌ها برای هر جزء ویژه کاملاً منحصر هستند. گرچه تاثیر اجزای دیگر بر روی پاسخ مورد نظر باید بطور جداگانه تصحیح شود یا اجتناب گردد.

مراحل تعیین مقدار جزئی x از جزء مشخص شده X در مخلوط گازی یا در مجموعه نمونه‌های گازی به توالی مراحل به صورت زیر خلاصه می‌شود.

الف - تعیین محدوده تجزیه‌ای مورد نظر R به عنوان مثال محدوده مقدار جزئی تعیین شده x و سطح عدم قطعیت قابل قبول یا مورد نیاز (در صورت کاربرد).

ب- تعیین روش تجزیه‌ای و سیستم اندازه‌گیری بکار برده شده:

ب- ۱ محدوده کالیبراسیون (که شامل محدوده‌های تجزیه‌ای می‌شود)؛

ب- ۲ ترکیب، شامل عدم قطعیت از مخلوط گازی کالیبراسیونی؛

ب- ۳ پارامترهای از روش تجزیه‌ای؛

ب- ۴ شرایط اندازه‌گیری؛

ب- ۵ تعداد و توالی تکرار اندازه‌گیری‌های کالیبراسیونی (به زیربند ۸-۱ مراجعه کنید).

پ- یک روش کالیبراسیونی برای تعیین مقدار جزئی ترکیبات در نمونه‌های مجهول به طور منظم در لیست داده شده در زیربند ۶-۲ انتخاب کنید، مثلاً روزانه یک یا دو نقطه را برای تابع‌های تجزیه‌ای مورد استفاده مبنا قرار دهید.

ت- برای محدوده مناسب پاسخ‌ها و مقدار جزئی ترکیب، سطح عدم‌قطعیت نتایج بعدی تابع تجزیه‌ای، مبنا تعیین کنید، اگر نتایج قابل قبول بود، ارزیابی عملکرد موفق بوده‌است.

برای محاسبه و اندازه‌گیری عدم قطعیت از نتایج بدست آمده در روش کالیبراسیون منظم، برآورد $u(\Delta)$ از توزیع احتمالی غیرخطی بودن از سیستم مورد نیاز است. این برآورد در ارزیابی عملکرد سیستم با توجه به بند ۸ و پیوست پ محاسبه شده است.

بعد از مراحل الف تا پ ذکر شده، ارزیابی نتایج بهترین عمل قابل انجام است. این برآورد در تمام اندازه‌گیری‌های منظم متوالی مورد استفاده قرار می‌گیرد تا زمانی که فرض شود دلیلی برای تغییرات قابل توجه در عملکرد دستگاه وجود دارد. دلایل اصلی برای تغییرات در زیربند ۹-۱ داده شده‌است.

ث- کالیبراسیون و اندازه‌گیری با توجه به مراحل داده شده، در بند ۷ انجام دهید.

۶-۲ روش‌های کالیبراسیون

روش‌های زیر برای تعیین مقدار جزئی یک جزء ویژه در نمونه گازی مجهول به کار رود:

الف- کالیبراسیون تک-نقطه‌ای انطباق - کامل (SPEM) و انتقال مستقیم مقدار و عدم قطعیت کالیبراسیون انطباق مخلوط گازی؛

ب- کالیبراسیون تک نقطه‌ای از طریق مرجع (SPO) و بدست آوردن مقدار ارزیابی یک تابع کالیبراسیون خط مستقیم از طریق مرجع؛

پ- کالیبراسیون دو نقطه‌ای با استفاده از یک نقطه و شاهد (TPB) و محاسبه مقدار از تابع تجزیه‌ای خط مستقیم؛

ت- کالیبراسیون دو نقطه‌ای به روش محدودسازی: با استفاده از دو مخلوط گازی کالیبراسیونی (TPC).

یادآوری- در کالیبراسیون چند نقطه‌ای (MPC)، حداقل از سه نقطه کالیبراسیون استفاده می‌شود.

۷ فرایند اصلی

۷-۱ پیش نیازها

پایداری یک سیستم در طول زمان، مساوی است با فاصله زمانی که یک کالیبراسیون نرمال باید در طول یک روش صحت‌گذاری شده قابل انجام باشد. به طور کلی استفاده از سیستم‌های ناپایدار در روش‌های خاص SPO و TPB بسیار بی‌ثبات است، به زیربند ۶-۲ مراجعه کنید. و سیستم‌های پایدار برای استفاده در طراحی SPEM و TPC کافی نیستند، به پیوست الف مراجعه کنید.

۷-۲ مراحل انجام

مراحل اصلی انجام اندازه‌گیری‌ها با توجه به روش‌های کالیبراسیونی شرح داده شده در این استاندارد در شکل یک توضیح داده شده است. اهداف، مراحل و تکرار ارزیابی عملکرد در بند ۸ توضیح داده می‌شود.

۷-۳ طراحی‌های اندازه‌گیری و کالیبراسیون

۷-۳-۱ کلیات

تمام طرح‌ها همچنان‌که در زیربند ۶-۲ مشخص شده‌اند، در برگزیده چهار مرحله اصلی هستند که عبارتند از:

مرحله الف: کالیبراسیون ابزار؛

مرحله ب: اندازه‌گیری نمونه؛

مرحله پ: محاسبه مقدار جزئی مجهول در ترکیب نمونه؛

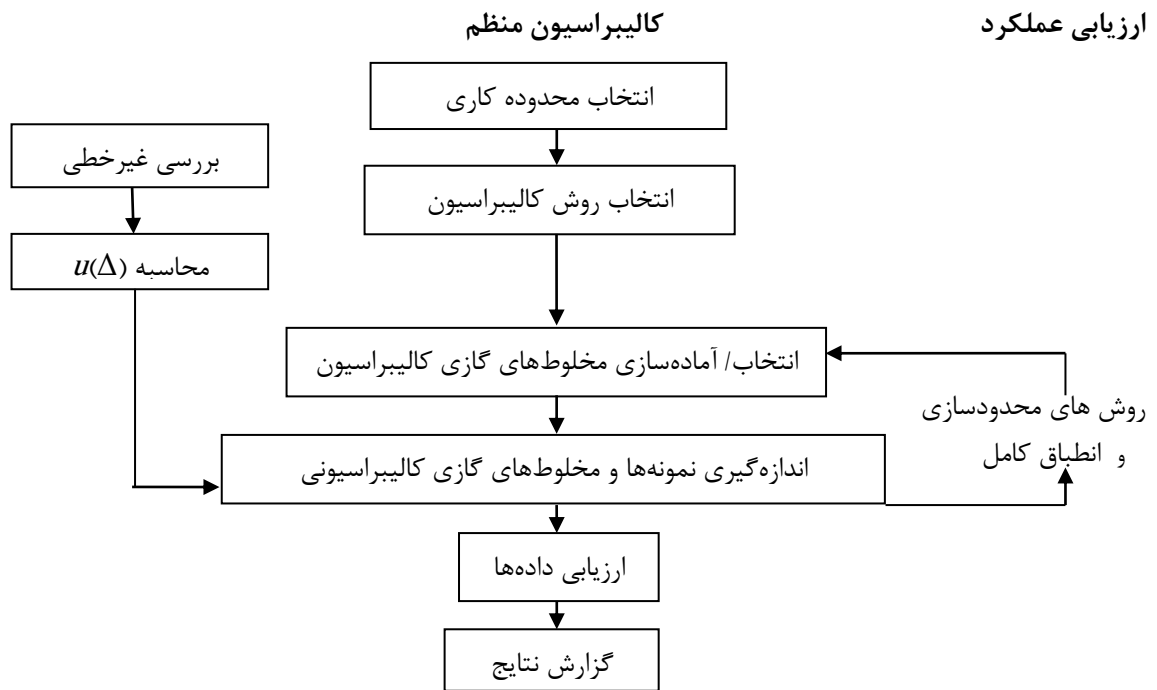
مرحله ت: محاسبه عدم قطعیت مقدار جزئی اجزاء؛

در عمل کاربرد مراحل الف و ب برای تنظیم مخلوط گازی کالیبراسیون به‌ویژه در SPEM و SPO در نمونه مجهول است. برای SPEM کالیبراسیون مخلوط گازی باید مشابه مجهول خواهد باشد (به زیربند ۷-۳-۲ مراجعه کنید).

برای SPO پاسخ‌های اندازه‌گیری شده در یک محدوده از پیش تعیین شده‌ای باید در نزدیکی پاسخ‌های کالیبراسیون مخلوط گازی باشد.

هر زمان که قابل اجرا باشد، توصیه می‌شود برای همه طرح‌ها، حداقل سه تکرار برای هر مجهول یا مخلوط گازی کالیبراسیونی، انجام شود. تعداد توصیه شده برای این که تکرارپذیری پاسخ‌ها را تایید کند ضروری است. اگر سه تکرار امکان پذیر نباشد، کاربر باید برآورد قابل اعتمادی از عدم قطعیت استاندارد اندازه‌گیری نمونه داشته باشد.

میانگین و انحراف استاندارد اندازه‌گیری سیگنال تکراری که در این استاندارد مورد استفاده قرار می‌گیرد، توضیحات در پیوست ب داده می‌شود.



شکل ۱ - مراحل انجام

۷-۳-۲ کالیبراسیون تک - نقطه‌ای انطباق - کامل (SPeM)

مرحله الف: یک مخلوط گازی کالیبراسیونی را انتخاب کنید بطوری که پاسخ روش‌های سیستم اندازه‌گیری در این مخلوط از نظر آماری از نمونه مجهول غیرقابل تشخیص باشند.

حداقل سه اندازه‌گیری تکراری را از مخلوط گازی کالیبراسیونی انجام دهید، سپس پاسخ میانگین آنها را محاسبه کنید. y_r و عدم قطعیت استاندارد پاسخ‌ها $u(y_r)$ را محاسبه کنید (به پیوست ب مراجعه کنید).

مرحله ب: حداقل سه اندازه‌گیری تکراری را از نمونه انجام دهید، مقدار پاسخ میانگین این تکرارها را محاسبه کنید. y_s عدم قطعیت استاندارد و $u(y_s)$ مقدار میانگین پاسخ‌ها را محاسبه کنید (به پیوست ب مراجعه کنید). نمونه گازی و کالیبراسیونی از هم غیرقابل تشخیص‌اند اگر در فرمول زیر صدق کنند:

$$\frac{|y_r - y_s|}{2 \times \sqrt{u^2(y_r) + u^2(y_s)}} \leq 1 \quad (1)$$

مرحله پ: اگر شرایط طبق فرمول یک برقرار شد، مقدار مجهول به صورت مستقیم با جایگزینی مقادیر مخلوط گازی کالیبراسیون برآورد می‌شود.

$$x_s = x_r \times \frac{y_s}{y_r} \quad (2)$$

در روش انطباق - کامل نسبت پاسخ‌های مجهول و مرجع در حالت ایده‌آل برابر واحد است و بازدهی انطباق کامل $x_s = x_r$ است. بدین معنی که تا حدودی شرایط مرزی با توجه به فرمول ۱ از فرمول ۲ محاسبات انجام می‌گیرد.

مرحله ت: منظور کنترل پایداری سیستم، اندازه‌گیری‌های مخلوط گازی کالیبراسیونی تکرار کنید. براساس آنچه در پیوست الف ذکر شده است.

مرحله ث: مقدار عدم قطعیت مجهول از عدم قطعیت مخلوط گازی کالیبراسیونی با انتقال مستقیم بدست می‌آید، با احتساب این که اندازه‌گیری در مورد هر دو نمونه کالیبراسیونی و نمونه گاز مجهول انجام می‌شود.

$$u^2(x_s) = u^2(x_r) + \frac{x_r^2}{y_r^2} \times [u^2(y_s) + u^2(y_r)] \quad (۳)$$

۳-۳-۷ کالیبراسیون تک نقطه‌ای از طریق اندازه‌گیری مرجع (SPO)

مرحله الف: یک مخلوط گازی کالیبراسیونی را انتخاب کنید به طوری که پاسخ‌های روش‌های سیستم اندازه‌گیری در این مخلوط بسیار به پاسخ‌های نمونه مجهول به اندازه کافی نزدیک باشند.

میزان نزدیکی بوسیله محدوده R از قبل تعیین شده‌ای، مشخص می‌شود. اگر مقدار جزئی اجزاء مورد بررسی، نسبت به نمونه مجهول بیشتر از $+۰.۵\%$ یا -۱.۰% تفاوت نداشته باشد. نزدیکی بین نمونه‌های گازی و مجهول به اندازه کافی بوده است.

حداقل ۳ اندازه‌گیری تکراری از مخلوط گازی و کالیبراسیونی را گرفته و مقدار میانگین پاسخ‌ها این تکرارها y_r و عدم قطعیت استاندارد پاسخ‌های میانگین $u(y_r)$ باید محاسبه گردد، به پیوست ب مراجعه کنید.

مرحله ب: حداقل ۳ اندازه‌گیری تکراری از نمونه انجام دهید و محاسبه مقدار میانگین پاسخ این تکرارها y_s و عدم قطعیت استاندارد $u(y_s)$ و مقدار میانگین پاسخ مقادیر بدست آمده را محاسبه کنید، به پیوست ب مراجعه کنید.

مرحله پ: مقدار مجهول از طریق تابع تجزیه‌ای خط - مستقیم با توجه مرجع و مقدار مخلوط گازی کالیبراسیونی و طبق فرمول ۴ محاسبه می‌شود.

$$x_s = b_1 \times y_s \quad (۴)$$

b_1 شیب تابع تجزیه‌ای به عنوان مثال نسبت $\frac{x_r}{y_r}$

مرحله ت: عدم قطعیت وابسته به مجهول که از عدم قطعیت کالیبراسیون مخلوط گازی محاسبه می‌شود، عدم قطعیت پاسخ‌های اندازه‌گیری و توزیع خطاهای پیش‌بینی شده با توجه به فرمول ۵ محاسبه می‌شود.

$$u^2(x_s) = \left(\frac{y_s}{y_r}\right)^2 \times u^2(x_r) + \left(\frac{x_r}{y_r}\right)^2 \times u^2(y_s) + \left(\frac{y_s \times x_r}{y_r}\right)^2 \times u^2(y_r) + u^2(\Delta) \quad (۵)$$

برآورد میزان $u(\Delta)$ در بخش ۸ پیوست پ توضیح داده شده است.

۷-۳-۴ کالیبراسیون دونقطه‌ای با یک شاهد (TPB)

مرحله الف: یک مخلوط گازی را انتخاب کنید، به طوری که پاسخ‌های روش‌های سیستم اندازه‌گیری در این مخلوط به اندازه کافی به پاسخ‌های مجهول نزدیک باشد.

نزدیکی توسط رنج R از پیش تعریف شده‌ای مشخص می‌شود. توضیحات نزدیکی با توضیحات داده شده در زیر بند ۷-۳-۳ یکسان است. یک مخلوط گازی خالص شاهد (خیلی خالص و عاری از تداخلات) را انتخاب کنید.

کمیته ۳ اندازه‌گیری تکراری مخلوط گازی کالیبراسیونی و همچنین شاهد گازی و مقدار میانگین پاسخ‌های تکراری و شاهد را محاسبه کنید، که به ترتیب y_r و y_b است. و عدم قطعیت استاندارد $u(y_r)$ و $u(y_b)$ را برای هر دو گاز مرجع و شاهد بدست آورید، به پیوست ب مراجعه کنید.

مرحله ب: کمیته ۳ اندازه‌گیری تکراری از نمونه را گرفته، میانگین مقدار پاسخ‌ها y_s و عدم قطعیت استاندارد $u(y_s)$ آنها محاسبه می‌شود، به پیوست ب مراجعه کنید.

مرحله پ: مقدار مجهول با استفاده از تابع خط - مستقیم با عرض از مبدا غیر از صفر برآورد می‌شود، با مقدار اندازه‌گیری شده و مخلوط گازی کالیبراسیونی با توجه به فرمول ۶ بدست می‌آید.

$$x_s = b_0 + b_1 \times y_s = \frac{y_r \times x_b - y_b \times x_r}{y_r - y_b} + \frac{x_r - x_b}{y_r - y_b} \times y_s \quad (6)$$

در این فرمول b_1 شیب تابع و b_0 عرض از مبدا تابع تجزیه‌ای، در طرف راست فرمول عبارت‌های پاسخ‌ها و مقدارهای جزئی مرجع و گازهای شاهد وجود دارد.

مرحله ت: عدم قطعیت مربوط به مقدار جزئی مجهول از عدم قطعیت مخلوط گازی کالیبراسیونی، و عدم قطعیت پاسخ اندازه‌گیری‌ها و توزیع خطاهای پیش‌بینی شده با توجه به فرمول ۷ بدست می‌آید.

$$u^2(x_s) = \left(\frac{\partial x_s}{\partial y_s}\right)^2 \times u^2(y_s) + \left(\frac{\partial x_s}{\partial y_r}\right)^2 \times u^2(y_r) + \left[\frac{\partial x_s}{\partial y_b}\right]^2 \times u^2(y_b) + \left(\frac{\partial x_s}{\partial x_r}\right)^2 \times u^2(x_r) + \left(\frac{\partial x_s}{\partial x_b}\right)^2 \times u^2(x_b) + u^2(\Delta) \quad (7)$$

اصطلاحات تجزیه‌ای برای ضرایب حساسیت $\frac{\partial x_s}{\partial x_b}$ ، $\frac{\partial x_s}{\partial x_r}$ ، $\frac{\partial x_s}{\partial y_b}$ ، $\frac{\partial x_s}{\partial y_r}$ ، $\frac{\partial x_s}{\partial y_s}$ در پیوست ب داده شده است.

برآورد میزان $u(\Delta)$ در بخش ۸ و پیوست پ شرح داده شده است.

یادآوری - در حالت کلی فرض می‌شود پاسخ‌های مرجع و شاهد گازی ناهمبسته هستند. و همچنین فرض می‌شود که گاز شاهد و مرجع مستقل هستند، بنابراین مقدار x_b و x_r ناهمبسته است.

۷-۳-۵ کالیبراسیون دو نقطه ای با روش محدودسازی TPC

مرحله الف: دو مخلوط گازی کالیبراسیونی را انتخاب کنید، در این مخلوط‌ها، به طوری که پاسخ‌های داخل کروش، در روش‌های سیستم اندازه‌گیری مخلوط‌های گازی در یک محدوده R مشخص و با پاسخ‌های که از نمونه مجهول به دست آمده‌اند.

کمیته سه اندازه‌گیری تکراری از دو مخلوط گازی کالیبراسیونی بگیرید و میانگین مقدار پاسخ‌های تکراری که به ترتیب y_{r1} و y_{r2} را محاسبه کرده، و عدم قطعیت آنها $u(y_{r1})$ و $u(y_{r2})$ را به ترتیب از مقدار پاسخ‌های میانگین برای هر دو گاز کالیبراسیونی بدست آورید، (به پیوست ب مراجعه کنید).

مرحله ب: کمیته سه اندازه‌گیری تکراری نمونه و محاسبه مقدار میانگین پاسخ این تکرارها y_s و عدم قطعیت استاندارد آنها $u(y_s)$ را از مقدار پاسخ میانگین انجام دهید، (به پیوست ب مراجعه کنید).

مرحله پ: مقدار مجهول از مقدارهای زیر بدست می‌آید: از تابع تجزیه‌ای خط - مستقیم با عرض از مبدا غیر صفر، تابع کالیبراسیونی تقریبی با یک محدوده مشخص شده و مقدارهای مخلوط گازی کالیبراسیونی طبق فرمول ۸ محاسبه می‌شود.

$$x_s = b_0 + b_1 \times y_s = \frac{y_{r2} \times x_{r1} - y_{r1} \times x_{r2}}{y_{r2} - y_{r1}} + \frac{x_{r2} - x_{r1}}{y_{r2} - y_{r1}} \times y_s \quad (۸)$$

b_1 شیب و b_0 عرض از مبدا تابع کالیبراسیونی تعیین شده با روش مخلوط‌های گازی کالیبراسیونی به روش محدودسازی.

مرحله ت: اندازه‌گیری‌ها به منظور کنترل پایداری سیستم تکرار شود، (به پیوست الف مراجعه کنید).

مرحله ث: عدم قطعیت مقدار مجهول از عدم قطعیت مخلوط‌های گازی کالیبراسیونی، عدم قطعیت اندازه‌گیری پاسخ‌ها و توزیع خطاهای پیش‌بینی شده طبق فرمول ۹ بدست می‌آید.

$$u^2(x_s) = \left(\frac{\partial x_s}{\partial y_s}\right)^2 \times u^2(y_s) + \left(\frac{\partial x_s}{\partial y_{r2}}\right)^2 \times u^2(y_{r2}) + \left(\frac{\partial x_s}{\partial y_{r1}}\right)^2 \times u^2(y_{r1}) + \left(\frac{\partial x_s}{\partial x_{r2}}\right)^2 \times u^2(x_{r2}) + \left(\frac{\partial x_s}{\partial x_{r1}}\right)^2 \times u^2(x_{r1}) + u^2(\Delta) \quad (۹)$$

اصطلاحات تجزیه‌ای و عبارتهای تجزیه‌ای برای ضرائب حساسیت $\frac{\partial x_s}{\partial x_{r1}}$ ، $\frac{\partial x_s}{\partial x_{r2}}$ ، $\frac{\partial x_s}{\partial y_{r1}}$ ، $\frac{\partial x_s}{\partial y_{r2}}$ ، $\frac{\partial x_s}{\partial y_s}$ در پیوست ب بیان شده است، یک نمونه برای مثال عملی در پیوست ت ارائه شده است. برآورد میزان $u(\Delta)$ در بند ۸ و پیوست پ شرح داده شده است.

یادآوری - در حالت کلی فرض می‌شود پاسخ‌ها برای دو گروه گازی ناهمبسته و همچنین فرض می‌شود که دو مخلوط گازی روش محدودسازی مستقل‌اند. یعنی از یک منبع مشترک مثل رقیق‌سازی بدست نیامده‌اند. بنابراین مقدارهای x_{r1} و x_{r2} هم ناهمبسته‌اند.

۷-۳-۶ کالیبراسیون چند نقطه ای (MPC)

روش‌ها و طرح‌ها به طور جامع در ISO 6143 توضیح داده شده است.

۸ ارزیابی عملکرد سیستم اندازه گیری

۸-۱ کلیات

اهداف ارزیابی عملکرد در تعیین کمیت اثرات غیرخطی سیستم تجزیه‌ای در حالت‌های SPO، TPB و TPC استفاده می‌شود، برای توضیح در خصوص طرح‌ها به زیربند ۶-۲ مراجعه کنید.

ارزیابی عملکرد قبل از بکارگیری یک روش منظم و تکرارپذیر در حالت ذکر شده در زیربند ۹-۱ انجام می‌گیرد. اما برای روش SPEM نیاز به ارزیابی عملکرد تابع پاسخ‌دهی ندارد.

ارزیابی عملکرد سیستم در حالت‌های زیر قابل انجام است:

الف- در زمان اجرا و اعتبار سنجی روش (ارزیابی عملکرد اولیه)؛

ب- هر زمان دیگری که سیستم یا یکی از اجزاء آن سیستم تغییر کرده، نگهداری شود یا جایگزین شود.

سیستم اندازه‌گیری غیرخطی به یک تصحیح، مقداری-تابع از طریق محدوده تجزیه‌ای نیاز دارد. برای جلوگیری از چنین تصحیحی چندین راه وجود دارد. که در این استاندارد، امکان غیرخطی شدن براساس زیربند ۵-۳-۴ از استاندارد ISO 15769:2005 مورد بررسی قرار می‌گیرد، که شامل بیشینه مقدار احتمال انحراف در عدم قطعیت گزارش شده است. روش شرح داده شده در زیربند F.2.4.5 استاندارد ISO/IEC Guide 98-3: 2008 پیشنهاد می‌شود. شامل محاسبه متوسط تصحیح خطا و عدم قطعیت استاندارد مربوط به آن است. این روش در پیوست پ شرح داده می‌شود. برای توضیحات دقیق GLS به روش رگرسیون استاندارد ISO 6143 مراجعه شود.

مرحله الف: حداقل ۷ مخلوط گازی کالیبراسیونی مختلف را انتخاب کنید، که محدود تجزیه‌ای نمونه را نیز در برگیرد. هدف در اینجا استفاده از روش یک یا دو نقطه کالیبراسیونی منظم محقق شد. پاسخ لا برای نمونه‌های مخلوط گازی کالیبراسیونی انتخابی را اندازه‌گیری کنید، اگر اطلاعاتی قابل اطمینان در این استاندارد در مورد نوع عملکرد تجزیه‌گر وجود دارد (به منابع ذکر شده در زیربند ۸-۲ مراجعه کنید) و فقط پارامترهای تابع تجزیه‌ای واقعی در ارزیابی عملکرد تعیین شد. تعداد گازهای کالیبراسیونی مختلف به پنج تجزیه‌گر با درجه دوم و سوم معلوم با پاسخ خطی مشخص کاهش می‌یابد.

محدوده اجزای کالیبراسیونی مخلوط گازی انتخاب شده، برای ارزیابی عملکرد پوشش داده می‌شود، اما از محدوده تجزیه‌ای مشخص برای اجزاء ویژه خیلی زیاد تجاوز نکند.

مرحله ب: در داده‌های گرفته‌شده از کالیبراسیون، آزمون بهترین تابع تجزیه‌ای موجود به روش انتخاب شده را با توجه به فرمول ۱۰ و فرمول ۱۱ برای SPO انجام دهید.

$$x = \beta_1 \times y \quad (10)$$

و برای TPC و TPB:

$$x = \beta_0 + \beta_1 \times y \quad (11)$$

از رگرسیون GLS استفاده کنید. باقی مانده SSD و آزمون تطابق F را اندازه گیری کنید. اگر SSD کمتر از دو برابر نقطه های کالیبراسیونی باشد، $F < 2$ سیستم خطی است. تحت این شرایط پارامترهای بهترین تابع تجزیه ای مساوی است با پارامترهای تابع تجزیه ای ساده شده با توجه به روش انتخاب شده بود، به معنی تنظیم $b_0 = \beta_0$ و $b_1 = \beta_1$ تنظیم $u(\Delta) = 0$ ارزیابی عملکرد پایان می یابد.

مرحله پ: اگر در مرحله ب میزان خطی بودن تابع تایید نشد. باید تابع تجزیه ای چند جمله ای درجه دوم را برای داده های بدست آمده از کالیبراسیون قرار دهید. از رگرسیون GLS استفاده کنید، و مقدار باقیمانده SSD را محاسبه و آزمون تطابق F را اندازه گیری کنید، اگر SSD کمتر از دو برابر تعداد نقاط کالیبراسیون بود و $F < 2$ ، سیستم اندکی غیر خطی است. به مرحله ث بروید و توزیع عدم قطعیت $u(\Delta)$ را مشخص کنید.

مرحله ت: اگر در مرحله پ با معیارهای عملکرد مواجه نشدید، تابع تجزیه ای چند جمله ای را برای داده های کالیبراسیون به کار برید. از رگرسیون GLS استفاده کنید.

باقیمانده SSD را محاسبه و آزمون تطابق F را اندازه گیری کنید. SSD باقیمانده کمتر از دو برابر تعداد نقاط کالیبراسیونی و $F < 2$ خواهد بود. علاوه بر آن، تابع تجزیه ای هیچ نقطه انحنایی در محدوده تجزیه ای نخواهد داشت. سیستم غیر خطی است. به مرحله ث بروید و توزیع عدم قطعیت $u(\Delta)$ را محاسبه کنید.

مرحله ث: برای اینکه بهترین تابع تجزیه ای توضیح داده شده مطابق مراحل پ یا ت بدست آید. باید تابع $g(y)$ را در ارزیابی عملکرد قرار دهید. در محدوده تجزیه ای R انحراف از تابع تجزیه ای واقعی و تابع عادی ساده شده در مرحله ب را با توجه به فرمول ۱۲ محاسبه کنید.

$$\Delta = g(y) - b_0 - b_1 \times y = \sum_{i=0}^N \beta_i \times y^i - b_0 - b_1 \times y \quad (12)$$

که در آن $b_0 = 0$ برای حالت SPO، $u(\Delta)$ را طوری تعیین کنید که بیشینه مقدار $|\Delta|$ در محدوده مورد بررسی تعیین شد.

$$u(\Delta) = \max (|\Delta|)_R \quad (13)$$

محدوده تجزیه ای R که با روش های کالیبراسیونی ساده شده مورد استفاده قرار می گیرد به طور عادی در عبارت های مفروض در گزاهای نمونه دارای پتانسیل اجزا تعیین می شود، برای سه روش SPO، SPB، TPC این محدوده ها ممکن است، در زمان های مختلف متفاوت باشند، شاید بهتر باشد محدوده وسیعی از ارزیابی عملکرد (کمترین) انجام شود، برای تعریف محدوده R در محدوده سیگنال یا پاسخ بهترین تابع تجزیه ای باید مورد استفاده قرار گیرد. برای چند جمله ای های درجه دوم و سوم روش بدست آوردن محدوده به طور مثال برای محدوده های پایین تر $X_{1b} = \sum \beta_i \times y_{1b}^i$ است، علاوه بر آن برای تعیین یک تابع کالیبراسیونی که روش محاسبه در زیر بند پ-۲ شرح داده شده است را می توان استفاده کرد. چنانچه تابع، نقطه انحنای

محدوده تجزیه‌ای نداشته باشد، بیشینه انحراف با توجه به فرمول ۱۳ یا در مرزهای بالا یا در مرزهای پایین محدود، واقع می‌شود یا در بیشینه و کمینه داخل محدوده اگر موجود باشد قرار می‌گیرد.

نقطه انحنا (گاهی انحنا نوشته می‌شود) تابع f بیانگر نقطه‌ای است که نمودار انحنا تابع تغییر می‌کنید. شرایط لازم برای نقطه انحنا در x_0 این است که مشتق دوم تابع، صفر شود $f''(x_0) = 0$. برای داشتن اثرات متضاد در نزدیکی x_0 باید شرط بالا (صفر شدن مشتق دوم تابع) در حالت‌های زیر هم صدق کند.

$f''(x_0 + \varepsilon)$ و $f''(x_0 - \varepsilon)$ ، یک تابع تجزیه‌ای مناسب نقطه انحنا ندارد. این استاندارد نیاز به اثبات عدم حضور نقطه انحنا برای تابع تجزیه‌ای قابل دسترس ندارد بنابراین کمترین بازدید چشمی از نمودار تابع پیشنهاد می‌شود.

میزان کمینه یا بیشینه عملکرد در نمودار دارای یک مشتق اولیه برابر صفر است. یعنی $\frac{d\Delta}{dy} = 0$ و می‌تواند از طریق فرمول ۱۴ و ۱۵ بدست می‌آید.

برای تابع‌های درجه دوم:

$$(\beta_1 - b_1) + 2 \times \beta_2 \times y = 0 \quad (14)$$

برای تابع‌های درجه سوم

$$(\beta_1 - b_1) + 2 \times \beta_2 \times y + 3 \times \beta_3 \times y^2 = 0 \quad (15)$$

یادآوری - برای سیستم‌های خطی واقعی نقطه انحراف بیشینه، همیشه در یکی از مرزهای محدوده R قرار می‌گیرد.

برای مشخص کردن توزیع عدم قطعیت غیرخطی $u(\Delta)$ از سه مقدار مطلق بیشینه استفاده کنید.

- ۱- برای تعیین صحت مقدار - وابسته و افزایش یافته یک روش پیشنهادی استفاده از یک میانگین تصحیح $\bar{\delta}$ و عدم قطعیت‌های این تصحیحات می‌باشد. این روش در پیوست پ شرح داده می‌شود.
- ۲- تصحیح متوسط $\bar{\delta}$ (به فرمول پ-۴ مراجعه کنید) برای هر مقدار تعیین شده‌ای از کالیبراسیون عادی و عدم قطعیت منحصر بفرد تصحیح $u(x_{reg})$ (به فرمول پ-۵ مراجعه کنید) به کار می‌رود.
- ۳- کاربردهای برآورد $u(\Delta)$ با استفاده از روش حالت بدتر.

۸-۲ منابع ارزیابی عملکرد داده‌ها و روش‌های جایگزینی

۸-۲-۱ ارزیابی عملکرد خارجی (غیر از حالت درونی)

علاوه بر ارزیابی عملکرد صحنه‌گذاری شده منابع زیر در صورتی قابل قبول هستند که بتوانند اطلاعات لازم برای محاسبات برآورد نتایج داده را طبق فرمول ۱۳ در اختیار قرار دهد.

- دستگاه یا دستگاه‌های صحنه‌گذاری شده، بوسیله سازندگان، برای اجزاء و ماتریس‌های مورد نظر با توانایی داده‌ای که احتمال غیرخطی بودن را تعیین می‌کند.

- دستگاه یا دستگاه‌های صحنه‌گذاری شده، با یک بخش سوم مثلاً یک شرکت مشاور یا یک آزمایشگاه کالیبراسیون برای اجزاء و ماتریس‌های مورد نظر با توانایی داده‌هایی که احتمال غیرخطی بودن را تعیین کنند.

۸-۲-۲ روش جایگزینی برای ارزیابی عملکرد

آزمایش و تجزیه‌های اکتشافی در پیوست ۳ شرح داده شده است که ممکن است مورد استفاده قرار گیرد. که در آن ارزیابی عملکرد حذف می‌شود، ولی (در حالت‌های با فراوانی بالا) با برآورد بدترین حالت برای احتمال غیرخطی بین نقاط نمونه‌های تثبیت شده جایگزین شده است. این امر ممکن است برای روش TPC مفید باشد. اگر عدم قطعیت ناشی از برآورد حالت - بدتر باشد برای احتمالات خیلی بزرگ، TPB مورد بررسی قرار نمی‌گیرد. این روش همچنین برای تحقیق در حوزه‌های جدیدی به کار می‌رود. مخصوصاً برای جاهایی که گازهای کالیبراسیونی که در دسترس نیستند یا اینکه به تعداد کافی وجود ندارند، تضمین شده - است.

این استاندارد این روش را پوشش نمی‌دهد، فقط در پیوست ۳ اطلاعات مفیدی ارائه شده است.

۹ اندازه‌گیری‌های تضمین کیفیت

۹-۱ صحنه‌گذاری فرضیات ساخته شده

برای نتایج ارزیابی عملکرد، برآوردها با توجه به فرمول ۱۳ تا زمان حالت بعدی موارد بیان شده در بالا در قسمت زیربند ۸-۱-ب، معتبر خواهد ماند.

زمان اعتبار با توجه به طرز کار کالیبراسیون با روش‌های زیربند ۶-۲ در یک آزمایش کنترل پایداری / ناپایداری طبق زیربند ۹-۲ مشخص خواهد شد. این کار با چارچوب ارزیابی عملکرد اولیه انجام می‌شود. در مرحله شروع مرحله ارزیابی عملکرد اولیه کالیبراسیون مستقل گازها بکار برده می‌شود. که برای بدست آوردن تعدادی از داده‌های، کنترل - جدول در تعیین پایداری سیستم و طول زمان معتبر برای طرز کار کالیبراسیون کافی است. کالیبراسیون دوباره سیستم (طرز کار کالیبراسیون) در یک دوره زمانی اعتبار نصف زمان پایداری تعریف شده سپری شده است، پیشنهاد می‌شود، که این عمل باید سریع انجام گیرد. روش بالا برای کالیبراسیون انطباق - کامل SPEM و TPC کاربرد ندارد، برای این تکنیک‌ها کالیبراسیون انطباق - کامل یا گازهای (SPEM) در کالیبراسیون طبقه‌بندی گازها، هر زمان بتوان نمونه مجهول تعیین شده را اندازه‌گیری کرد.

۹-۲ بررسی پایداری / ناپایداری سیستم اندازه‌گیری

اگر تغییرات قابل توجه پاسخ‌های سیستم تجزیه‌ای قابل حذف کردن نباشد. انجام آزمون ناپایداری ضروری است. در این بخش یک روش معتبر تک نقطه‌ای ساده توضیح داده می‌شود. هدف بدست آوردن کمینه حفاظت در برابر خطاهای سیستماتیک به دلیل ناپایداری است. اگر اطلاعات بیشتری از عملکرد سیستم

تجزیه‌ای در دسترس باشد، به‌طور مثال با نظارت طولانی، آزمون ناپایداری بهتر انجام خواهد شد. آزمون ناپایداری یعنی اینکه تعیین شود آیا یک تابع تجزیه‌ای تعیین شده قبلی هنوز معتبر است یا آیا پاسخ سیستم تجزیه‌ای به‌طور قابل توجهی تغییر کرده است. بررسی ناپایداری با روش مسئله - ویژه یعنی مناسب برای مخلوط گازی کالیبراسیونی M ، تحت بررسی انجام می‌شود. با اندازه‌گیری پاسخ یکی از آن دو مخلوط گازی کالیبراسیونی از بین $Re1, Re2, \dots, Ren$ مقدار جزئی اجزاء مخلوط گازی کالیبراسیونی کروشده گذاری می‌شود. قبل و بعد از اندازه‌گیری پاسخ‌های مخلوط گازی کالیبراسیونی M ، ۱۰ اندازه‌گیری مستقل مخلوط گازی کالیبراسیونی انتخاب می‌شود. که R_i حاصل می‌شود. این داده برای پاسخهای میانگین مشتق شده از $y_{i,before}$ و $y_{i,after}$ است که با پاسخ میانگین مقایسه می‌شود.

میانگین داده یعنی پاسخ قبل از اندازه‌گیری $y_{i,before}$ و پاسخ بعد از اندازه‌گیری $y_{i,after}$ با میانگین پاسخ بدست آمده، در زمان کالیبراسیون ($y_{i,calib}$) باهم مقایسه می‌شوند. اگر سه تفاضل زیر از مقدار بحرانی بیشتر باشد سیستم ناپایدار است. $|y_{i,before} - y_{i,after}|$ و $|y_{i,calib} - y_{i,after}|$ ، $|y_{i,before} - y_{i,calib}|$ تفاوت مقدار بحرانی فراتر از مقدار بحرانی $u(y_{i,calib}) \times 2.83$ است، که $u(y_{i,calib})$ عدم قطعیت میانگین پاسخ‌های بدست آمده در کالیبراسیون است، به زیربند ۸-۲ مراجعه کنید.

باید هر کدام از تفاضل‌ها از مقدار بحرانی بزرگتر باشند، پس از اینکه آزمون بررسی ناپایداری ناموفق بود سیستم تجزیه‌ای باید دوباره کالیبره شود

یادآوری - آزمون بررسی ناپایداری برای هر کدام از مجموعه اندازه‌گیری‌ها در مخلوط گازی R_i ، قبل و بعد از اندازه‌گیری کالیبراسیون مخلوط گازی M انجام می‌شود. و عدم قطعیت استاندارد برای کل مجموعه در R_i تقریباً یکسان است. این فرض دارای سطح اطمینان ۹۵٪ و مقدار بحرانی هر یک از این سه تفاضل ۲/۸ برابر عدم قطعیت استاندارد میانگین پاسخ بدست آمده در کالیبراسیون است.

اگر $n = 10$ اندازه‌گیری برای بررسی ناپایداری در هر یک از حالت‌های قبل و بعد از کالیبراسیون گازی انتخاب شده امکان پذیر نباشد، تعداد کمتری n برای بیان ظرفیت تعیین ناپایداری سیستم ممکن است، استفاده شود و مقدار بحرانی برای تفاضل‌ها تغییر قابل توجهی خواهد کرد. شرایط برای بررسی آزمون ناپایداری سیستم در فرمول‌های ۱۶، ۱۷ و ۱۸ داده شده است.

$$|y_{i,before} - y_{i,calib}| \leq 2 \times \sqrt{1 + \frac{10}{n}} \times u(y_{i,calib}) \quad (16)$$

$$|y_{i,calib} - y_{i,after}| \leq 2 \times \sqrt{1 + \frac{10}{n}} \times u(y_{i,calib}) \quad (17)$$

$$|y_{i,before} - y_{i,after}| \leq 2 \times \sqrt{\frac{20}{n}} \times u(y_{i,calib}) \quad (18)$$

زمانی که برای دو مجموعه اندازه‌گیری در آزمون کنترل ناپایداری گازی اختصاص داده می‌شود، ممکن است شامل اندازه‌گیری‌هایی که در آن‌ها چندین مورد مخلوط گازی انتخاب شده‌اند با اجزاء مشابه مجموعه‌ای از اندازه‌گیری‌های بزرگتر را از بین ببرند.

اگر آزمون بررسی ناپایداری نتیجه نداد سیستم تجزیه‌ای باید دوباره کالیبره شود.

۱۰ گزارش نتایج

۱-۱۰ شواهد کالیبراسیون گازها

شواهدی برای کالیبراسیون مخلوط گازی با توجه به الزامات استاندارد ISO 6141 مورد نیاز است فراهم شود.

۲-۱۰ گزارش نتایج آزمون

گزارش آزمون شامل موارد زیر است:

الف- توضیح سیستم تجزیه‌ای مورد استفاده؛

ب- ترکیب مخلوط‌های گازی کالیبراسیون مورد استفاده برای کالیبراسیون و به همراه عدم قطعیت‌ها؛

پ- نوع تابع ریاضی استفاده شده در تابع تجزیه‌ای؛

ت- ارجاع به این استاندارد ملی در بیان نتایج تجزیه‌ها.

در حالت گزارش نتایج آزمایش، محتواها باید بطور کامل مقدار جزئی را بیان کند. عدم قطعیت مقدار جزئی به صورت گسترش یافته بیان شود، $U(x) = k \times u(x)$ پیشنهاد می‌شود که فاکتور پوشش را ۲ قرار دهید $k=2$ ، فاکتور پوشش مورد استفاده قابل تعیین خواهد بود. عدم قطعیت می‌تواند بصورت مقدار مطلق و نسبی بیان شود.

برای روش‌های ویژه به بند ۷ توجه کنید که گزارش نتایج مطابق آن طرح خواهد شد.

پیوست الف

(الزامی)

بررسی مورد نیاز برای پایداری سیستم وقتی که از روش‌های انطباق کامل و روش محدودسازی استفاده می‌شود

الف - ۱ کلیات

به طور کلی استفاده از یک سیستم که به اندازه کافی پایدار باشد. (طول زمان مورد نیاز برای انجام یک سری اندازه‌گیری‌های مطمئن) قطعاً ضروری نیست.

روش صحنه‌گذاری و ارزیابی عملکرد سیستم باید هراحتمال را در فاصله‌های زمانی کوتاه که برآوردها مجدداً تولید شوند را بطور دقیق معلوم کند. برای طرح‌های تکنیکی تک - نقطه‌ای، انطباق - کامل و روش محدودسازی بررسی پایداری سیستم در زمان تجزیه نمونه اجباری است. بررسی با یک‌سری از اندازه‌گیری‌های متوالی زیر و داده‌های مشخص آنچنان که در زیر بیان می‌شود تکمیل می‌گردد.

الف - ۲ طرح بندی توالی اندازه‌گیری:

توالی زمان لازم برای اندازه‌گیری یک نمونه مجهول در روش تک‌نقطه‌ای انطباق - کامل به صورت زیر است:

$Re(1) - Re(2) - Re(3) - S(1) - S(2) - S(3) - Re(4) - Re(5) - Re(6)$

که Re حالت‌های برای اندازه‌گیری مرجع انطباقی و S نمونه مجهول است. عدد موجود در پرانتز تکرار مورد نیاز توسط طرح است. سایر توالی‌ها، تا زمانی مناسب هستند. که به زیر کمینه اندازه‌گیری‌های مورد نیاز در بالا، کاهش نیاید.

وقتی که از طرح‌های تکنیکی محدودسازی استفاده می‌کنیم، سه تکرار برای اندازه‌گیری کالیبراسیون گازی لازم است. برای مخلوط گازی کالیبراسیونی $R1$ و کالیبراسیونی گازی $R2$ و نمونه مجهول S در توالی زیر:

$Re1(1) - Re1(2) - Re1(3) - Re2(1) - Re2(2) - Re2(3) - S(1) - S(2) - S(3) - Re2(4) - Re2(5) - Re2(6) - Re1(4) - Re1(5) - Re1(6)$

اعدادی که در گروه قرار می‌گیرند، نشان دهنده تعداد تکرار آزمایش‌ها است. سایر توالی‌ها که در بالا محدود شده‌اند مناسب‌اند.

یادآوری - از نقطه نظر آماری، امکان تصادفی بودن توالی داده‌های بالا مشهود است (آمار با تصادفات همراه است). هدف از آزمون بررسی پایداری، تحت پوشش قرار دادن طولانی‌ترین فاصله زمانی برای اندازه‌گیری نمونه‌های گازی یکسان است، به طوری که اندازه‌هایی کالیبراسیونی مخلوط گازی در ابتدا و انتهای فرایند پیش‌بینی شده‌اند.

ممکن است بیش از سه اندازه‌گیری هم برای نمونه گازی و هم نمونه مرجع لازم باشد. علاوه بر آن تکرارها ممکن است به صورت تصادفی توزیع شوند با این حال توالی (کمینه) با اندازه‌گیری سه مرجع شروع و خاتمه یابد.

الف-۳ ارزیابی و تصمیم‌گیری در خصوص داده‌ها

زمانی که از طرح انطباق - کامل استفاده می‌کنیم، به صورت جداگانه بررسی کنید، که آیا معیار فرمول (۱) به طور مجزا اجرا شده است، وقتی که از مجموعه‌هایی از اندازه‌گیری‌ها در مرجع انطباقی با [Re(1) تا Re(3)] شروع و با [Re(4) تا Re(6)] پایان می‌یابد. در این صورت مقدار حالت و مقدار عدم قطعیت نمونه مجهول به ترتیب از فرمول‌های (۲) و (۳) بدست می‌آید.

اگر معیار برقرار نبود، برای هر یک از دو ترکیب بین مرجع و نمونه اندازه‌گیری شده، یک احتمال در پتانسیل ناپایداری آنها مشکوک می‌باشد، به منظور اثرات تصادفی استثنایی، اندازه‌گیری توالی را رو تکرار کنید. اگر با معیار زیربند ۷-۳-۲ برآورده نشد، بررسی و پایداری سیستم را اصلاح کنید.

وقتی که از روش محدودسازی استفاده می‌کنید، مقدار و عدم قطعیت نمونه مجهول با توجه به فرمول (۸) و (۹) به طور جداگانه محاسبه کنید. این کار از طریق استفاده از یک سری از اندازه‌گیری‌های برای محدودسازی مرجع در ابتدا از [Re1(1) تا Re2(3)] و در انتها از [Re1(4) تا Re2(6)] استفاده کنید.

$$\frac{|x_{s,b} - x_{s,e}|}{2 \times \sqrt{u^2(x_{s,b}) + u^2(x_{s,e})}} \leq 1 \quad \text{الف-۱}$$

زیر نویس b ، e نتایج نمونه مجهول محاسبه شده با استفاده از منابع اندازه‌گیری شده در ابتدا و انتها را نشان می‌دهد.

اگر معیار معتبر باشد. در آن حالت $x_{s,b}$ مانند مقدار و $u(x_{s,b})$ مانند عدم قطعیت ترکیب مجهول است.

یادآوری- اگر معیار داده شده با توجه به انطباق داده‌ها براساس فرمول الف-۱ بیان میانگین وزنی از نتایج بدست آمده به همراه میانگین عدم قطعیت این دو نمونه هم می‌تواند قابل قبول باشد.

اگر معیار برآورده نمی‌شود، پتانسیل ناپایداری در آنها مشکوک می‌باشد. به منظور رفع اثرات تصادفی استثناء، توالی اندازه‌گیری‌ها را تکرار کنید. اگر نتایج فرمول الف-۱ منطبق نشد، وضعیت پایداری سیستم باید بررسی و ارتقاء یابد.

یوست ب

(الزامی)

آمارها و درصد حساسیت مورد استفاده در بخش ۷

در کل این استاندارد میانگین‌ها و انحراف استانداردها (تکرار کردن) از پاسخ‌های اندازه‌گیری y_i براساس فرمول ب-۱ محاسبه می‌شود.

$$\bar{y} = \frac{\sum_{l=1}^m y_l}{m} \quad \text{ب - ۱}$$

برای میانگین و فرمول ب - ۲ را داریم،

$$u^2(\bar{y}) = \frac{\sum_{l=1}^m (y_l - \bar{y})^2}{m \times (m - 1)} \quad \text{ب - ۲}$$

طوری که در آن انحراف استاندارد یک برآورد از عدم قطعیت تجزیه‌ای بدست می‌آید.

اصطلاحاتی برای ضرایب حساسیت در فرمول ۷ به صورت زیر است:

$$\frac{\partial x_s}{\partial y_s} = \frac{x_r - x_b}{y_r - y_b} \quad \text{ب - ۳}$$

$$\frac{\partial X_s}{\partial y_r} = \frac{x_r - x_b}{(y_r - y_b)^2} \times (y_b - y_s) \quad \text{ب - ۴}$$

$$\frac{\partial X_s}{\partial y_b} = \frac{x_r - x_b}{(y_r - y_b)^2} \times (y_s - y_r) \quad \text{ب - ۵}$$

$$\frac{\partial x_s}{\partial x_r} = \frac{y_s - y_b}{y_r - y_b} \quad \text{ب - ۶}$$

$$\frac{\partial x_s}{\partial x_b} = \frac{y_r - y_s}{y_r - y_b} \quad \text{ب - ۷}$$

اصطلاحاتی برای ضرایب حساسیت در فرمول ۹ بصورت زیر است:

$$\frac{\partial x_s}{\partial y_s} = \frac{x_{r2} - x_{r1}}{y_{r2} - y_{r1}} \quad \text{ب - ۸}$$

$$\frac{\partial X_s}{\partial y_{r2}} = \frac{x_{r2} - x_{r1}}{(y_{r2} - y_{r1})^2} \times (y_{r1} - y_s) \quad \text{ب - ۹}$$

$$\frac{\partial X_s}{\partial y_{r1}} = \frac{x_{r2} - x_{r1}}{(y_{r2} - y_{r1})^2} \times (y_s - y_{r2}) \quad \text{ب - ۱۰}$$

$$\frac{\partial x_s}{\partial x_{r2}} = \frac{y_s - y_{r1}}{y_{r2} - y_{r1}} \quad \text{ب - ۱۱}$$

$$\frac{\partial x_s}{\partial x_{r1}} = \frac{y_{r2} - y_s}{y_{r2} - y_{r1}} \quad \text{ب - ۱۲}$$

پیوست پ

(الزامی)

روش‌های پیشنهادی برای تعیین توزیع غیرخطی

پ - ۱ کلیات

این پیوست فرایند تجزیه‌گرهای غیرخطی را براساس زیربند F.2.4.5 استاندارد راهنمای ISO/IEC Guide 98-3:2008 است، توضیح می‌دهد. در این روش، برآوردی از خطای متوسط و عدم قطعیت استاندارد همراه آن می‌باشد. این خطای متوسط برای تصحیح مقدارهای اندازه‌گیری از روش کالیبراسیونی ساده شده (به زیربند ۶-۲ و زیربند ۷-۳ مراجعه کنید). یا در تنظیم روش هزینه عدم قطعیت به‌عنوان بخشی از $u(\Delta)$ مورد استفاده قرار می‌گیرد.

پ - ۲ فرایند

مرحله ۱: نقاط پایانی محدوده تجزیه‌ای را محاسبه کنید.

تابع کالیبراسیون صحیح را برای تجزیه‌گر براساس ISO 6143 محاسبه کنید. محدوده تجزیه‌ای مورد نظر یعنی R را قرار دهید. مقدار جزئی پایین‌تر x_1 و بالاتر x_2 مشخص می‌شود. بعد پاسخ‌های پایین‌تر با فرمول پ-۱ محاسبه می‌شود.

$$y_1 = f(x_1; \alpha) = \alpha_0 + \alpha_1 x_1 + \alpha_2 x_1^2 + \alpha_3 x_1^3 \quad \text{پ - ۱}$$

که f نشان‌دهنده تابع کالیبراسیون واقعی است و α ضریب بدست آمده از روش ISO 6143 است.

یادآوری ۱- در این پیوست فرض می‌شود که تابع کالیبراسیون واقعی و تابع تجزیه‌ای واقعی می‌توانند به صورت چند جمله‌ای مرتبه ۳ نمایش داده‌شود. برای چند جمله‌ای‌های درجه پایین‌تر، ضرایب مرتبه بالاتر عبارت صفر می‌شود. برای مثال در خط مستقیم، $\alpha_2 = 0$ و $\alpha_3 = 0$ (برای تابع تجزیه‌ای متناظر هم یکسان به کار می‌رود را با استفاده از فرمول ۲ محاسبه کنید).

$$y_2 = f(x_2; \alpha) = \alpha_0 + \alpha_1 x_2 + \alpha_2 x_2^2 + \alpha_3 x_2^3 \quad \text{پ - ۲}$$

مرحله ۲: ضرایب β_0, \dots, β_N تابع تجزیه‌ای واقعی را با استفاده از روش ISO 6143 محاسبه کنید.

مرحله ۳: ضرایب تابع تجزیه‌ای ساده شده را محاسبه کنید. b_1 و b_0 را با روش مناسب بدست آورید. (به زیربند ۷-۳ تا ۷-۵ مراجعه کنید).

مرحله ۴: متوسط خطا را محاسبه کنید.

با استفاده از فرمول پ-۳ متوسط خطا را محاسبه کنید.

$$\bar{\delta} = \frac{F(y_2) - F(y_1)}{y_2 - y_1} \quad \text{پ - ۳}$$

که

$$F(y) = (\beta_0 - b_0)y + \frac{1}{2}(\beta_1 - b_1)y^2 + \frac{1}{3}\beta_2 y^3 + \frac{1}{4}\beta_3 y^4$$

واریانس (مجذور عدم قطعیت استاندارد) از خطای متوسط با استفاده از فرمول پ-۴ محاسبه می‌شود.

$$u^2(\bar{\delta}) = \frac{G(y_2) - G(y_1)}{y_2 - y_1} + \frac{H(y_2) - H(y_1)}{y_2 - y_1} \quad \text{پ-۴}$$

که

$$G(y) = \frac{1}{7}\beta_3^2 y^7 + \frac{1}{6}\beta_2\beta_3 y^6 + \frac{1}{5}(2(\beta_1 - b_1)\beta_3 + \beta_2^2)y^5 + \\ \frac{1}{4}(2(\beta_0 - b_0 - \bar{\delta})\beta_3 + 2(\beta_1 - b_1)\beta_2)y^4 + \\ \frac{1}{3}(2(\beta_0 - b_0 - \bar{\delta}))\beta_2 + (\beta_1 - b_1)^2 y^3 + \\ (\beta_0 - b_0 - \bar{\delta})(\beta_1 - b_1)y^2 + (\beta_0 - b_0 - \bar{\delta})^2 y$$

و

$$H(y) = yu^2(b_0) + \frac{1}{3}y^3u^2(b_1) + y^2u(b_0, b_1) + \\ yu^2(\beta_0) + \frac{1}{3}y^3u^2(\beta_1) + \frac{1}{5}y^5u^2(\beta_2) + \frac{1}{7}y^7u^2(\beta_3) + \\ y^2u(\beta_0, \beta_1) + \frac{2}{3}y^3u(\beta_0, \beta_2) + \frac{1}{4}y^4u(\beta_0, \beta_3) + \\ \frac{1}{2}y^2u(\beta_1, \beta_2) + \frac{2}{5}y^5u(\beta_1, \beta_3) + \frac{1}{3}y^6u(\beta_2, \beta_3)$$

یادآوری ۲- برای چندجمله ای های درجه پایین تر از سه در تابع تجزیه ای صحیح، واریانس ها و کو واریانس های متناظر شامل β_3 و (چندجمله تایی درجه ۲) یا β_2 و β_3 (خط مستقیم) معادل با صفر به حساب می آیند.

مرحله الف-۵: محاسبه $u(\Delta)$

$u(\Delta)$ را از فرمول پ-۵ محاسبه کنید:

$$u(\Delta) = \sqrt{\bar{\delta}^2 + u^2(\bar{\delta})}$$

مرحله ب-۵: مقدار اندازه گیری شده را تصحیح کنید (پیشنهاد شده در مرحله الف-۵)

اصلاح مقدار اندازه گیری شده با اضافه کردن $\bar{\delta}$ صورت می گیرد. عدم قطعیت استاندارد اندازه گیری همراه با مقدار اندازه گیری شده را که باید با $u(\bar{\delta})$ ترکیب شود را محاسبه کنید. عدم قطعیت استاندارد همراه با تصحیح $\bar{\delta}$

یادآوری ۳- روش پیشنهادی توضیح داده شده در این پیوست معمولاً دقیق تر از روش بند ۸ است. فرایند مرحله ب-۵ معمولاً از مرحله الف-۵ صحت بیشتری دارد. در بررسی های علمی و کاربردی روش هایی دیگری توضیح داده می شود.

پیوست ت

(آگاهی دهنده)

مثال حل شده

ت-۱ کلیات

اهداف مثال:

- توضیح روش‌ها با مثال حل شده؛
- نشان دادن برخی نتایج نوعی؛
- فراهم آوردن داده‌های آزمایشی برای روش محاسبه‌ای و اجزای احتمالی در طراحی کدهای نرم افزاری؛

این مثال به تعیین کربن دی‌اکسید در گاز طبیعی از طریق روش کروماتوگرافی گازی مربوط می‌شود. محدوده تجزیه‌ای برای انجام کالیبراسیون، مقدار کربن دی‌اکسید در محدوده بین ۲ cmol/mol و ۵ cmol/mol مورد نیاز است. (محدوده تجزیه‌ای برای انجام کالیبراسیون)، مقدار جزئی ارزیابی عملکرد سیستم گاز کروماتوگرافی بین ۰٫۲ cmol/mol و ۱۰ cmol/mol را از دو جهت برای مقدار کربن دی‌اکسید پوشش می‌دهد.

ت-۲ مجموعه کالیبراسیون

طبق مشخصات مجموعه، هفت مخلوط گازی کالیبراسیونی که شامل کربن دی‌اکسید در گاز طبیعی است. محدوده تجزیه‌ای بین ۰٫۲ cmol/mol و ۱۰ cmol/mol انتخاب شده و طبق جدول ت-۱ اندازه گیری شده است. به نتایج آن را در جدول ت-۱ مراجعه کنید.

جدول ت-۱ - نتایج اندازه‌گیری CO₂ در یک گاز طبیعی

| محتویات | cmol/mol | میانگین پاسخ | U (میانگین) |
|------------|--------------|--------------|-------------|
| مقدار جزئی | مقدار جزئی U | | |
| ۰٫۲۲۵ | ۰٫۰۰۱۱ | ۸۳۵٫۶۱ | ۰٫۶۹ |
| ۰٫۹۶۷ | ۰٫۰۰۴۸ | ۳۵۱۵٫۲۴ | ۰٫۷۹ |
| ۱٫۸۸۳ | ۰٫۰۰۹۵ | ۶۸۳۳٫۶۸ | ۲٫۵۱ |
| ۴٫۵۹۵ | ۰٫۰۲۳ | ۱۶۶۴۶٫۱۹ | ۶٫۸۷ |
| ۵٫۷۹۱ | ۰٫۰۲۹ | ۲۰۹۳۲٫۵۹ | ۶٫۵۹ |
| ۷٫۵۵۸ | ۰٫۰۳۸ | ۲۶۹۳۵٫۰۶ | ۸٫۷۹ |
| ۹٫۳۱۷ | ۰٫۰۴۷ | ۳۲۸۹۱٫۱۹ | ۳٫۸۸ |

تمام گازهای کالیبراسیون با عدم قطعیت نزدیک به ۰/۵٪ هستند. نتایج حاصل از تجهیزات میانگین سه اندازه گیری تکراری با عدم قطعیت تخمینی مانند عدم قطعیت استاندارد این سه میانگین است.

ت - ۳ کالیبراسیون منظم

برای کالیبراسیون کاری ساده شده، روش (محدودسازی) TPC انتخاب می شود.

مرحله اول: دو مخلوط گازی کالیبراسیونی را آماده کنید، به گونه ای که پاسخ های بدست آمده از سیستم در این مخلوط با محدوده R مشخص، پاسخ های نمونه مجهول را هم پوشش دهد.

از هفت گاز استفاده شده در ارزیابی عملکرد گاز ۳ و ۵ را انتخاب می کنیم و انتظار داریم مقدار جزئی مجهول گاز کربنیک مورد بررسی با این بازه پوشش داده شود. گازهای مورد بررسی در سه نسخه تجزیه شدند و مقادیر میانگین و عدم قطعیت استاندارد آنها طبق جدول ت-۲ نشان داده شده است (براساس گزارشات اندازه گیری در جدول ت-۱).

جدول ت - ۲ - مقادیر میانگین و عدم قطعیت استاندارد در مرحله الف

| مقدار جزئی | U (مقدار جزئی) | میانگین پاسخ | U (پاسخ) |
|------------|----------------|--------------|----------|
| ۱,۸۸۳ | ۰,۰۰۹ | ۶۸۳۳,۷ | ۲,۵ |
| ۵,۷۹۱ | ۰,۰۲۹ | ۲۰۹۳۲,۶ | ۶,۶ |

همچنان که در بالا ذکر شد عدم قطعیت های اندازه گیری شده، که همان عدم قطعیت های استاندارد میانگین محاسبه شده از تکرار می باشند، عدم قطعیت های گازهای کالیبراسیونی از مستندات پیوست شده در کالیبراسیون مخلوط های گازی بیان می شود، توضیحات دیگر در مورد گازهای کالیبراسیونی عدم قطعیت استاندارد نسبی ۰/۵٪ را فراهم می کند.

مرحله ب: نمونه را سه بار اندازه گیری کرده و مقدار پاسخ های میانگین از سه تکرار y_s و عدم قطعیت استاندارد $u(y_s)$ را از مقدار پاسخ میانگین نشان داده شده در جدول ت-۳ محاسبه می شود.

جدول ت - ۳ میانگین اندازه و عدم قطعیت استاندارد در مرحله ب

| مقدار جزئی | مقدار جزئی (u) | میانگین پاسخ | پاسخ (u) |
|------------|----------------|--------------|----------|
| | | ۱۳۵۱۰,۰ | ۴,۷ |

مرحله ب: مقدار مجهول با استفاده از فرمول ۸ برآورد می شود، که نتیجه آن مقدار $3,734 \text{ cmol/mol}$ است. پارامترهای حاکم بر تابع کالیبراسیون خط مستقیم $0,1119 -$ (عرض از مبدا بیانگر واحد سیگنال بیان می شود) و شیب $0,00277$ است.

مرحله ت: عدم قطعیت از مقدار مجهول از عدم قطعیت کالیبراسیون مخلوط های گازی، عدم قطعیت پاسخ اندازه گیری ها و توزیع خطای پیش بینی طبق فرمول ۹ مشتق می شود، یعنی مشارکت $u(\Delta)$ از ت-۴

مشخص شده است، با توجه به ضرایب حساسیت لیست شده در پیوست ب استفاده می‌شود. توزیع عدم قطعیت متناظر در جدول ت-۴ نشان داده می‌شود.

جدول ۴- ت توزیع عدم قطعیت متناظر در مرحله ت

| منبع | توزیع cmol/mol |
|---------------|-------------------|
| مقدار جزئی r1 | ۰٫۰۰۴۹۶ |
| پاسخ r1 | ۰٫۰۰۰۳۷ |
| مقدار جزئی r2 | ۰٫۰۱۳۷۱ |
| پاسخ r2 | ۰٫۰۰۰۸۷ |
| پاسخ نمونه | ۰٫۰۰۱۳۰ |
| $u(\Delta)$ | ۰٫۰۵۰۸۰ |
| u ترکیبی | ۰٫۰۵۲۸۷ |

مقدار بازده عدم قطعیت کلی ۰٫۰۵۳ cmol/mol است و جدول ت-۵ اطلاعات مجهول را بطور کامل نشان می‌دهد.

جدول ۵- ت نتایج نهایی مقدار میانگین و عدم قطعیت در مرحله ت

| مقدار جزئی | مقدار جزئی | میانگین پاسخ | پاسخ (u) |
|------------|------------|--------------|----------|
| ۳٫۷۳۴ | ۰٫۰۵۳ | ۱۳۵۱۰ | ۴٫۷۰ |

بیشترین توزیع در هزینه عدم قطعیت نتایج اندازه‌گیری، برآورد غیرخطی، $u(\Delta)$ است و عدم قطعیت گاز کالیبراسیونی در محدوده بالا تشکیل می‌شود.

ت-۴ ارزیابی عملکرد

ارزیابی عملکرد برای تعیین برآورد $u(\Delta)$ از نتایج بدست آمده در هفت گاز کالیبراسیونی داده شده در جدول ت-۱ مشتق می‌شود. از تکرارها و یک عدم قطعیت تجزیه‌ای بعنوان عدم قطعیت استاندارد تکرارها استفاده می‌شود.

یک چندجمله‌ای درجه اول با عرض از مبدا برای داده‌ها با استفاده از GLS به‌عنوان روش رگرسیونی مناسب است.

مشخصات عملکرد به صورت زیر است:

حالت خطی:

b_0 b_1 $u(b_0)$ $u(b_1)$ covariance

-8.3766E-03 2.7875E-04 1.3211E-03 6.2981E-10 -4.6035E-10

SSD : 20.8221 باقی مانده

Γ : 3.3648 آزمون انطباق

سیستم اندکی غیرخطی است. تابع چندجمله‌ای درجه دوم مناسب می‌باشد. با استفاده از روش رگرسیون و نتیجه پارامترهای عملکرد قابل قبول است.

حالت خطی / مدل تابع درجه دوم

| | | |
|-------------|------------|------------|
| b_0 | b_1 | b_2 |
| -3/7660E-03 | 2/7387E-04 | 2.4027E-10 |

پارامتر عدم قطعیت‌های استاندارد / کوواریانس‌ها:

$U(b_0)$ $u(b_1)$ $u(b_2)$: 1.790E-03 1/427E-06 6/298E-11

$Cov(b_0, b_1)$ $Cov(b_0, b_2)$: - 2.007E-09 7.611 E -14

$Cov(b_1, b_2)$: -8.064 E -17

SSD باقی مانده : 6.2702

Γ : 1.4897 آزمون انطباق

برای پی بردن به محدوده کاربردی در روش TPC، انحراف مشخص شده مانند کل توضیحات تابع تجزیه‌ای سیستم از تابع (خطی) عادی طبق فرمول ۱۳ از بین محدوده‌های انتخاب شده مشخص می‌شود. بیشینه انحراف در محدوده انتهایی بالایی $\Delta = 0.051 \text{ mmol/mol}$ است. برآورد $u(\Delta)$ در این مقدار قرار دارد سپس به زیر بند ت-۳ مراجعه کنید.

پیوست ث

(آگاهی دهنده)

استفاده از طرح‌های بدون ارزیابی عملکرد سیستم قبلی

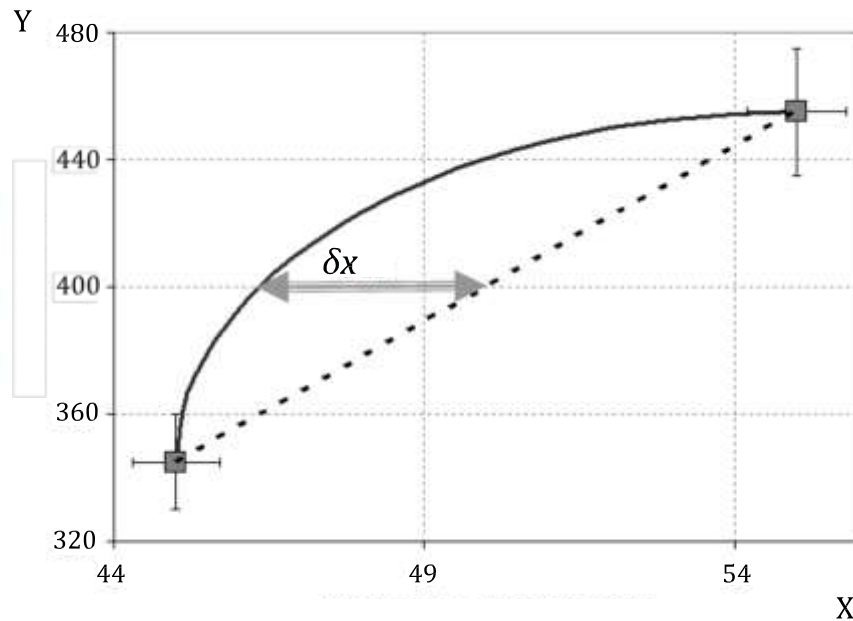
در این پیوست، شروط و الزامات کلی زیربند ۷-۳ به کار می‌رود. برای یک طرح TPC، توزیع احتمال غیرخطی می‌تواند با سناریوی حالت بدتر تعیین شود. اگر نتیجه اندازه‌گیری عدم قطعیت برای هدف مورد نظر شده‌ای مناسب مشخص باشد و ممکن است یک ارزیابی عملکرد حذف شود.

نقطه شروع سناریوی حالت-بدتر برای هر جزء ترکیب ماتریکس، هر نوع وسیله و هر نوع ستون جداسازی و آشکارساز باید تابع کالیبراسیونی پیوسته فرض شود. (در محدوده مورد نظر)

یک مشتق اول: مثبت (+)، غیرصفر و متناهی است که این برابری محل بیشینه و کمینه را استثناء می‌کند و خط منحنی کالیبراسیون مبهم می‌شود.

یک سیستم غیر خطی معین را بدست می‌دهد، مشتق اول تابع کالیبراسیونی ممکن است افزایش یا کاهش یابد. یک افزایش مشتق اول می‌تواند محتمل‌ترین حد آشکارسازی نزدیک مورد نظر باشد. حالتی که در اینجا مورد بررسی قرار نمی‌گیرد. در محدوده‌ی بسیار بالاتر از حد کافی، کمترین کاهش مشتق اول تابع کالیبراسیونی به علت این اثرات، قابل انتظار است. بهر حال تغییرات مشتق اول بین افزایش و کاهش سناریو بدترین حالت تغییر نمی‌کند، تا زمانی که آن اثر تغییر نکند. (منحنی کالیبراسیون را بی‌فایده خواهد ساخت).

در این روش TPC، یک محدودیت، در رفتار غیرخطی حالت بدتر داریم، که در آن مشتق اول در محدوده پایین نامتناهی است (x_l, y_l) و در محدوده بالا (x_u, y_u) صفر است. یک تابع مرتبط با توجه به یک حالت محدود، بیضی است. برای مثال یک چهارم طرف چپ یک بیضی از بیشترین نقاط (x_l, y_l) و (x_u, y_u) می‌گذرد، شکل ث-۱ را ببینید. نمایش نقاط محدود شده، رابطه خطی، برآورد بدترین حالت و برآورد توزیع عدم قطعیت از بدترین - حالت فرض می‌شود.



راهنما

X مقدار ماده (واحدهای دلخواه)

Y سیگنال (واحدهای دلخواه)

شکل ث-۱ برآورد حالت بدتر برای روش محدودسازی

رابطه خطی فرض شده، برآورد بدترین حالت و توزیع عدم قطعیت از بدترین حالت به دست آمده است.

$\Delta x = x_u - x_l$ عرض در جهت x (فضای مقدار ماده) $\Delta y = y_u - y_l$ عرض در جهت y (فضای پاسخ)

تابع کالیبراسیونی محدود از فرمول ث-۱ بدست می آید.

$$\frac{(x - x_l)^2}{\Delta x^2} + \frac{(y - y_u)^2}{\Delta y^2} = 1 \quad \text{ث-۱}$$

اندازه گیری انجام شده با استفاده از تقریب خطی در ث-۲ داریم به فرمول ث-۲ مراجعه کنید:

$$y = \frac{\Delta y}{\Delta x} \times x^* + \frac{y_l \times x_u - y_u \times x_l}{\Delta x} = \frac{\Delta y}{\Delta x} \times x^* + \beta \quad \text{ث-۲}$$

برای سیگنال داده شده y ، یک δ_x (خطای) تفاضلی بین حالت-بدتر محدود و تابع کالیبراسیونی خطی فرض شده بین نقطه‌های پوشش داده شده اتفاق می افتد. این تفاضل برای سیگنال داده شده y از فرمول ث-۳ محاسبه می شود.

$$\delta_x = x - x^* = \Delta x \times \sqrt{1 - \frac{(y - y_u)^2}{\Delta y^2}} + x_l - \frac{\Delta x}{\Delta y} \times (y - \beta) \quad \text{ث-۳}$$

توزیع $\frac{\delta x}{2}$ از سناریوی حالت - بدتر نتیجه می‌شود، تنظیم فرم عملیاتی عدم قطعیت اندازه‌گیری شده، به جای توزیع $u(\Delta)$. که وابسته است این عرض پوشش به کار برده شده، و ممکن است در حالت‌های مطمئن به یک اندازه قابل قبول کاهش یابند. تعیین حالت - بدتر ممکن در اصل در طرح TBS بکار برده می‌شود، چون این طرح به صورت نرمال ترکیبات وسیع‌تری از محدوده‌های مقدار ماده را در بر می‌گیرد. توزیع عدم قطعیت از برآورد حالت- بدتر در بیشتر موارد قابل قبول نیست. ارزیابی عملکرد اجباری خیلی کم پیشنهاد می‌شود.

کتابنامه

- [1] ISO 6145 (all parts), Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures using dynamic methods
- [2] ISO 15796:2005, Gas analysis — Investigation and treatment of analytical bias
- [3] ISO/IEC 17025, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories