

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 11863:2017
ISO/TS 17503:2015**

**PHƯƠNG PHÁP THỐNG KÊ ĐÁNH GIÁ ĐỘ KHÔNG ĐẢM
BẢO - HƯỚNG DẪN ĐÁNH GIÁ ĐỘ KHÔNG ĐẢM BẢO SỬ
DỤNG THIẾT KẾ CHÉO HAI YẾU TỐ**

Statistical methods of uncertainty evaluation - Guidance on evaluation of uncertainty using two-factor crossed designs

HÀ NỘI - 2017

Mục lục

	Trang
Lời nói đầu.....	4
Lời giới thiệu.....	5
1 Phạm vi áp dụng.....	7
2 Tài liệu viện dẫn.....	7
3 Thuật ngữ và định nghĩa.....	8
4 Ký hiệu.....	9
5 Tiến hành thực nghiệm.....	11
6 Xem xét sơ bộ dữ liệu – Tổng quan.....	11
7 Thành phần phương sai và ước lượng độ không đảm bảo.....	11
7.1 Các xem xét chung đối với thành phần phương sai và ước lượng độ không đảm bảo.....	11
7.2 Bố trí hai chiều không lặp lại	12
7.3 Thực nghiệm cân bằng hai chiều có lặp lại (cả hai yếu tố ngẫu nhiên).....	15
7.4 Thực nghiệm cân bằng hai chiều có lặp lại (một yếu tố cố định, một yếu tố ngẫu nhiên)	18
8 Ứng dụng vào các quan trắc trên thang đo tương đối.....	20
9 Sử dụng thành phần phương sai trong các phép đo sau	21
10 Các xử lý thay thế.....	21
10.1 Ước lượng hợp lý cực đại (hoặc dư) hạn chế	21
10.2 Các phương pháp thay thế đối với mô hình rút gọn	21
11 Xử lý dữ liệu khuyết.....	22
Phụ lục A (tham khảo) Các ví dụ	23
Thư mục tài liệu tham khảo.....	28

Lời nói đầu

TCVN 11863:2017 hoàn toàn tương đương với ISO/TS 17503:2015;

TCVN 11863:2017 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 69 *Ứng dụng các phương pháp thống kê biên soạn*, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Lời giới thiệu

Ước lượng độ không đảm bảo thường đòi hỏi ước lượng và kết hợp sau đó các độ không đảm bảo phát sinh từ biến động ngẫu nhiên. Biến động ngẫu nhiên như vậy có thể phát sinh trong một thực nghiệm cụ thể ở điều kiện lặp lại hoặc trong một phạm vi các điều kiện rộng hơn. Biến động trong điều kiện lặp lại thường được mô tả như là độ lệch chuẩn hoặc hệ số biến động lặp lại; độ chụm trong các điều kiện thay đổi rộng hơn thường được gọi là độ chụm trung gian hoặc độ tái lập.

Thiết kế thực nghiệm phổ biến nhất để ước lượng các thành phần phương sai dài hạn và ngắn hạn là thiết kế lồng cân bằng truyền thống thuộc loại quy định trong TCVN 6910-2 (ISO 5725-2). Trong thiết kế này, (số không đổi) các quan trắc được thu thập trong các điều kiện lặp lại đối với từng mức của một yếu tố khác nào đó. Trường hợp yếu tố bổ sung này là "phòng thí nghiệm" thì thực nghiệm là nghiên cứu liên phòng cân bằng và có thể được phân tích để thu được các ước lượng phương sai trong phòng thí nghiệm, σ_r^2 , thành phần phương sai giữa các phòng thí nghiệm, σ_L^2 , và từ đó thu được phương sai tái lập, $\sigma_R^2 = \sigma_L^2 + \sigma_r^2$.

Ước lượng độ không đảm bảo dựa trên nghiên cứu như vậy được xem xét trong TCVN 10861 (ISO 21748). Tuy nhiên, trường hợp yếu tố nhóm bổ sung là một điều kiện đo khác, thuật ngữ giữa các nhóm có thể được xem như là phần đóng góp vào độ không đảm bảo này sinh từ độ biến động ngẫu nhiên trong yếu tố đó. Ví dụ, nếu nhiều lần chia tách khác nhau được chuẩn bị từ vật liệu thuần nhất và mỗi lần chia tách được đo nhiều lần, phân tích phương sai có thể cho ước lượng về ảnh hưởng của các biến động trong quá trình chia tách. Có thể cố gắng thêm bằng cách bổ sung các mức nhóm ghép liên tiếp. Ví dụ, trong nghiên cứu liên phòng thí nghiệm có thể ước lượng phương sai lặp lại, phương sai giữa các ngày và phương sai giữa các phòng thí nghiệm trong một thực nghiệm đơn bằng cách yêu cầu mỗi phòng thí nghiệm thực hiện số phép đo lặp bằng nhau mỗi ngày trong hai ngày.

Trong khi thiết kế lồng nằm trong số các thiết kế phổ biến nhất dùng cho ước lượng độ biến động ngẫu nhiên, song chúng không phải là loại thiết kế hữu ích duy nhất. Ví dụ, xét thực nghiệm dự kiến để mô tả đặc trưng mẫu chuẩn, thực hiện bằng cách đo trên ba đơn vị vật liệu riêng rẽ bằng ba lượt phương tiện riêng rẽ, với (ví dụ) hai quan trắc trên đơn vị trên lượt. Trong thực nghiệm này, đơn vị và lượt được gọi là "chéo nhau"; tất cả các đơn vị được đo trong tất cả các lượt. Thiết kế này thường được sử dụng để nghiên cứu độ biến động trong các ảnh hưởng "cố định", bằng cách kiểm nghiệm các thay đổi lớn hơn mong đợi từ số hạng trong nhóm hoặc số hạng "dư". Thực nghiệm cụ thể này có thể dễ dàng kiểm tra xem liệu có bằng chứng về sự khác biệt đáng kể giữa các đơn vị hoặc giữa các lượt hay không. Tuy nhiên, các đơn vị có thể được chọn ngẫu nhiên từ một mảng lớn hơn nhiều (nếu có vẻ là thuần nhất), và các tác động lượt cũng được xử lý thích hợp nhất như là ngẫu nhiên. Nếu trung bình tất cả các quan trắc được lấy làm ước lượng của giá trị mẫu chuẩn thì sẽ cần phải xem xét độ không đảm bảo phát sinh từ độ biến động loạt-lot và đơn vị đơn vị. Việc này có thể được thực hiện theo cách tương tự như đối với thiết kế lồng mô tả ở trên, bằng cách tách ra các phương sai quan tâm sử dụng phân tích phương sai hai chiều. Trong tài liệu thống kê, điều này thường được mô tả là việc sử dụng mô hình các ảnh hưởng ngẫu nhiên hoặc (nếu một yếu tố là ảnh hưởng cố định) mô hình ảnh hưởng hỗn hợp.

TCVN 11863:2017

Có thể thu được chia tách thành phần phương sai bằng nhiều phương pháp. Đối với thiết kế cân bằng, đơn giản nhất là cân bằng trung bình bình phương mong đợi từ phân tích phương sai truyền thống. Ước lượng hợp lý cực đại hạn chế (REML) (đôi khi còn gọi là dư) cũng được khuyến nghị cho ước lượng thành phần phương sai, và được áp dụng cho cả thiết kế cân bằng và không cân bằng. Tiêu chuẩn này mô tả chi tiết các tính toán ANOVA truyền thống và cho phép sử dụng REML.

Lưu ý là các ảnh hưởng ngẫu nhiên hiếm khi bao gồm tất cả các độ không đảm bảo tác động đến kết quả đo cụ thể. Nếu sử dụng trung bình từ thiết kế chéo làm kết quả đo, thì thường cần xét độ không đảm bảo phát sinh từ các ảnh hưởng hệ thống có thể có, bao gồm cả ảnh hưởng giữa các phòng thí nghiệm, cũng như độ biến động ngẫu nhiên có thể thấy trong thực nghiệm, và các ảnh hưởng khác này có thể lớn hơn nhiều so với độ biến động thấy được trong một thực nghiệm đơn.

Tiêu chuẩn này mô tả việc ước lượng và sử dụng các thành phần độ không đảm bảo dùng thiết kế yếu tố.

Phương pháp thống kê đánh giá độ không đảm bảo - Hướng dẫn đánh giá độ không đảm bảo sử dụng thiết kế chéo hai yếu tố

Statistical methods of uncertainty evaluation – Guidance on evaluation of uncertainty using two-factor crossed designs

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này mô tả việc ước lượng độ không đảm bảo của giá trị trung bình trong các thực nghiệm được thực hiện như thiết kế chéo, sử dụng phương sai thu được từ những thực nghiệm như vậy và áp dụng cho các kết quả của các phép đo khác (ví dụ, các quan trắc đơn).

Tiêu chuẩn này bao trùm các thiết kế hai yếu tố cân bằng có số mức bất kỳ. Thiết kế cơ bản đề cập bao gồm thiết kế hai chiều không lặp lại và thiết kế hai chiều lặp lại, với một hoặc cả hai yếu tố được xem là ngẫu nhiên. Các tính toán thành phần phương sai từ bảng ANOVA và việc sử dụng chúng trong ước lượng độ không đảm bảo cũng được đưa ra. Ngoài ra, tiêu chuẩn còn cung cấp hướng dẫn tóm tắt về việc sử dụng ước lượng hợp lý cực đại hạn chế từ phần mềm, việc xử lý các thực nghiệm có số lượng nhỏ các điểm dữ liệu khuyết.

Các phương pháp xem xét dữ liệu đối với giá trị bất thường và xấp xỉ chuẩn cũng được cung cấp.

Tiêu chuẩn này đề cập cả việc sử dụng dữ liệu thu được từ xử lý các quan trắc tương đối (ví dụ, thu hồi biểu kiến trong hóa phân tích).

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn dưới đây rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu không ghi năm công bố thì áp dụng bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi.

TCVN 8244-1 (ISO 3534-1), Thống kê học – Từ vựng và ký hiệu – Phần 1: Thuật ngữ chung về thống kê và thuật ngữ dùng trong xác suất

TCVN 8244-3 (ISO 3534-3), Thống kê học – Từ vựng và ký hiệu – Thiết kế thực nghiệm

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Tiêu chuẩn này sử dụng các thuật ngữ, định nghĩa trong TCVN 8244-1 (ISO 3534-1), TCVN 8244-3 (ISO 3534-3) và các thuật ngữ, định nghĩa dưới đây.

3.1

Yếu tố (factor)

Biến dự đoán được thay đổi theo mục đích đánh giá ảnh hưởng của nó lên biến đáp ứng.

CHÚ THÍCH 1: Một yếu tố có thể đưa ra nguyên nhân ẩn định được đối với kết quả của thực nghiệm.

CHÚ THÍCH 2: Việc sử dụng yếu tố ở đây cụ thể hơn ứng dụng chung như đồng nghĩa với biến dự đoán.

CHÚ THÍCH 3: Một yếu tố có thể gắn với việc tạo khối.

[NGUỒN: TCVN 8244-3:2016 (ISO 3534-3:2013), 3.1.5, có sửa đổi – các viện dẫn chéo trong TCVN 8244-3 (ISO 3534-3) được bỏ khỏi các chú thích]

3.2

Mức (level)

Chế độ đặt, giá trị hoặc ẩn định tiềm năng của một yếu tố.

CHÚ THÍCH 1: Từ đồng nghĩa là giá trị của biến dự đoán.

CHÚ THÍCH 2: Thuật ngữ "mức" thường đi kèm với đặc trưng định lượng. Tuy nhiên, nó cũng được dùng như thuật ngữ mô tả phiên bản hoặc thiết lập của các đặc trưng định tính.

CHÚ THÍCH 3: Đáp ứng quan trắc tại nhiều mức của một yếu tố cung cấp thông tin cho việc xác định ảnh hưởng của yếu tố đó trong dãy các mức của thực nghiệm. Ngoại suy vượt quá phạm vi các mức này thường không thích hợp nếu không có cơ sở chắc chắn cho giả định các mối quan hệ mô hình. Nội suy trong phạm vi dãy có thể phụ thuộc vào số lượng mức và khoảng cách của các mức này. Thường sẽ hợp lý khi nội suy, mặc dù có thể có các mối quan hệ gián đoạn hoặc nhiều phương thức gây thay đổi đột ngột trong dãy thực nghiệm. Các mức có thể được giới hạn ở giá trị cố định đã chọn (cho dù những giá trị này đã biết hay chưa biết) hoặc chúng có thể đơn thuần được chọn ngẫu nhiên trong dãy được nghiên cứu.

VÍ DỤ: Mức theo thang đo thứ tự của chất xúc tác có thể là có hoặc không. Bốn mức xử lý nhiệt có thể là 100 °C, 120 °C, 140 °C và 160 °C. Biến thang đo danh nghĩa đối với phòng thí nghiệm có thể là các chữ cái A, B và C, tương ứng với ba thiết bị.

[NGUỒN: TCVN 8244-3:2016 (ISO 3534-3:2013), 3.1.12]

3.3

Phân tích phương sai ảnh hưởng cố định (fixed effects analysis of variance)

Phân tích phương sai trong đó các mức của từng yếu tố được chọn trước trong dãy giá trị của các yếu tố.

CHÚ THÍCH: Với các mức cố định, sẽ không thích hợp để tính thành phần phân tích phương sai. Mô hình này đôi khi được gọi là mô hình phân tích phương sai 1.

[NGUỒN: TCVN 8244-3:2016 (ISO 3534-3:2013), 3.3.9]

3.4

Phân tích phương sai ảnh hưởng ngẫu nhiên (random effects analysis of variance)

Phân tích phương sai trong đó mỗi mức của từng yếu tố được giả định là được lấy mẫu từ tổng thể các mức của từng yếu tố.

CHÚ THÍCH: Với các mức ngẫu nhiên, quan tâm chính thường là thu được các ước lượng thành phần phương sai. Mô hình này thường được gọi là mô hình phân tích phương sai 2.

VÍ DỤ: Xét tình huống trong đó hoạt động xử lý các mè nguyên liệu thô. "Mè" có thể được coi là yếu tố ngẫu nhiên trong thực nghiệm khi một số ít mè được chọn ngẫu nhiên từ tổng thể gồm tất cả các mè.

[NGUỒN: TCVN 8244-3:2016 (ISO 3534-3:2013), 3.3.10]

4 Ký hiệu

- v_{eff} Bậc tự do hiệu dụng tính được đối với sai số tiêu chuẩn tinh từ thực nghiệm (chéo) hai yếu tố
- σ_1 Độ lệch chuẩn thực giữa các mức đối với yếu tố thứ nhất (nếu xét ảnh hưởng ngẫu nhiên) trong thực nghiệm (chéo) hai yếu tố
- σ_2 Độ lệch chuẩn thực giữa các mức đối với yếu tố thứ hai (nếu xét ảnh hưởng ngẫu nhiên) trong thực nghiệm (chéo) hai yếu tố
- σ_t Độ lệch chuẩn thực giữa các nhóm đối với số hạng tương tác trong thực nghiệm (chéo) hai yếu tố
- σ_r Độ lệch chuẩn thực đối với số hạng dư trong phân tích phương sai truyền thống đối với thực nghiệm (chéo) hai yếu tố
- d_{ij} Phần dư tương ứng với mức i của một yếu tố và mức j của yếu tố thứ hai trong thực nghiệm hai yếu tố không lặp lại
- M_1 Trung bình bình phương đối với yếu tố thứ nhất trong phân tích phương sai truyền thống đối với thực nghiệm (chéo) hai yếu tố
- M_2 Trung bình bình phương đối với yếu tố thứ hai trong phân tích phương sai truyền thống đối với thực nghiệm (chéo) hai yếu tố
- M_t Trung bình bình phương đối với số hạng tương tác trong phân tích phương sai truyền thống đối với thực nghiệm (chéo) hai yếu tố có lặp lại
- M_r Trung bình bình phương đối với số hạng dư trong phân tích phương sai truyền thống đối với thực nghiệm (chéo) hai yếu tố
- M_{tot} Trung bình bình phương tính được từ tổng (tổng bộ) các bình phương trong phân tích phương sai truyền thống đối với thực nghiệm (chéo) hai yếu tố
- n Số quan trắc lặp lại tại từng tổ hợp các mức yếu tố (tức là, trong từng "ô") trong thực nghiệm

	(chéo) hai yếu tố có lặp lại
p	Số mức đối với yếu tố thứ nhất trong thực nghiệm (chéo) hai yếu tố
q	Số mức đối với yếu tố thứ hai trong thực nghiệm (chéo) yếu tố
x_{ij}	Quan trắc tương ứng với mức i của một yếu tố và mức j của yếu tố thứ hai trong thực nghiệm hai yếu tố không lặp lại
x_{ijk}	Quan trắc thứ k tương ứng với mức i của một yếu tố và mức j của yếu tố thứ hai trong thực nghiệm hai yếu tố có lặp lại
S_1	Tổng bình phương đối với yếu tố thứ nhất trong phân tích phương sai truyền thống đối với thực nghiệm (chéo) hai yếu tố
S_2	Tổng bình phương đối với yếu tố thứ hai trong phân tích phương sai truyền thống đối với thực nghiệm (chéo) hai yếu tố
S_r	Tổng bình phương đối với số hạng tương tác trong phân tích phương sai truyền thống đối với thực nghiệm (chéo) hai yếu tố có lặp lại
S_s	Tổng bình phương đối với số hạng dư trong phân tích phương sai truyền thống đối với thực nghiệm (chéo) hai yếu tố
S_{tot}	Tổng "tất cả" các bình phương trong phân tích phương sai truyền thống đối với thực nghiệm (chéo) hai yếu tố
s	Độ lệch chuẩn của tập hợp các quan trắc độc lập
s_1	Độ lệch chuẩn ước lượng giữa các mức đối với số hạng thứ nhất (nếu xét ảnh hưởng ngẫu nhiên) trong thực nghiệm (chéo) hai yếu tố
s_2	Độ lệch chuẩn ước lượng giữa các mức đối với số hạng thứ hai (nếu xét ảnh hưởng ngẫu nhiên) trong thực nghiệm (chéo) hai yếu tố
s_r	Độ lệch chuẩn ước lượng giữa các nhóm đối với số hạng tương tác trong thực nghiệm yếu tố (khi một hoặc nhiều yếu tố được xem là ảnh hưởng ngẫu nhiên)
s_s	Độ lệch chuẩn ước lượng đối với số hạng dư trong phân tích phương sai truyền thống đối với thực nghiệm (chéo) hai yếu tố
$s_{\bar{x}}$	Sai số tiêu chuẩn ước lượng gắn với trung bình trong thực nghiệm (chéo) hai yếu tố
u	Độ không đảm bảo chuẩn
$u_{\bar{x}}$	Độ không đảm bảo chuẩn, gắn với độ biến động ngẫu nhiên, đối với trung bình trong thực nghiệm (chéo) hai yếu tố
\bar{x}_i	Trung bình của tất cả các dữ liệu đối với một mức i cụ thể của Yếu tố 1 trong thiết kế yếu tố

$\bar{x}_{\bullet j}$ Trung bình đối với một mức j cụ thể của Yếu tố 2 trong thiết kế yếu tố

\bar{x} Trung bình đối với tất cả các dữ liệu trong thực nghiệm đã cho

5 Tiến hành thực nghiệm

Cần lưu ý là, trong chừng mực có thể, các quan trắc cần được thu thập theo thứ tự ngẫu nhiên. Cần thực hiện hành động để loại bỏ các ảnh hưởng nhiễu; ví dụ, thiết kế dự kiến để nghiên cứu ảnh hưởng của các thay đổi trong chất nền vật liệu thử và nồng độ chất phân tích khác nhau để xác định lượng thu hồi trong hóa phân tích không nên tiến hành từng loại mẫu khác nhau trong một loạt vào những ngày khác.

6 Xem xét sơ bộ dữ liệu – Tổng quan

Nói chung, việc xem xét sơ bộ nên dựa vào kiểm tra đồ thị. Nguyên tắc chung là hình thành và khớp mô hình tuyến tính tương ứng (đối với thiết kế cân bằng, điều này được thực hiện thích hợp bằng cách ước lượng hàng, cột, và nếu cần, ô theo bố trí hai chiều) và kiểm tra phần dư.

Thống kê Mandel, như trình bày trong TCVN 6910-2 (ISO 5725-2), có thể áp dụng để kiểm tra các điểm dữ liệu đơn lẻ trong thiết kế hai chiều, bằng cách thay thế 'phòng thí nghiệm' trong TCVN 6910-2 (ISO 5725-2) bằng 'ô' trong thiết kế hai chiều và được khuyến nghị.

Đồ thị phần dư thông thường và đồ thị xác suất chuẩn cũng áp dụng được cho phần dư.

Kiểm nghiệm giá trị bất thường cũng được gợi ý, mặc dù chúng cần được sử dụng cẩn trọng; bậc tự do đối với phần dư nhỏ hơn so với toàn bộ tập dữ liệu, cân đối các giá trị tới hạn. Ngoài ra, trong các thiết kế dùng cho phép đo kép, phần dư đối với một ô có giá trị bất thường nghiêm trọng thường xuất hiện như hai giá trị bất thường cách đều trung bình chung. Phần dư đối với mô hình 'ảnh hưởng chính' cũng như mô hình bao gồm trung bình ô (số hạng tương tác) có thể cần được kiểm tra riêng để tránh ảnh hưởng như vậy.

7 Thành phần phương sai và ước lượng độ không đảm bảo

7.1 Các xem xét chung đối với thành phần phương sai và ước lượng độ không đảm bảo

Tính toán cơ bản dựa trên các bảng ANOVA hai chiều thu được từ ANOVA truyền thống đối với bố trí hai chiều. Quy trình chi tiết được trình bày dưới đây. Được phép sử dụng các ứng dụng phần mềm ước lượng hợp lý cực đại hạn chế ("REML") khi tính chuẩn là giả định thực tế đối với tất cả các ảnh hưởng ngẫu nhiên.

Khi tính các ước lượng phương sai từ bảng ANOVA truyền thống, có thể phát sinh các ước lượng phương sai âm. Trong các tính toán dưới đây (7.2 đến 7.4), khuyến nghị đặt các ước lượng này bằng không. Khuyến nghị thêm là các số hạng trong mô hình thống kê ban đầu, đầy đủ, gắn với các ước

lượng phương sai âm hoặc bằng không được bỏ khỏi mô hình và mô hình được tính lại khi độ không đảm bảo chuẩn và bậc tự do hiệu dụng kèm theo được quan tâm.

CHÚ THÍCH 1: Tính toán REML không cho ước lượng phương sai âm và khi đó không cần giảm và làm khớp lại mô hình nếu không quan tâm đến bậc tự do hiệu dụng.

CHÚ THÍCH 2: Ước lượng phương sai từ các tập dữ liệu nhỏ biến động nhiều giữa các mẫu. Ví dụ, phương sai ước lượng rút ra từ các mẫu độc lập gồm 10 quan trắc lấy từ một phân bố chuẩn có thể sai khác nhiều hơn hệ số hai lần (tức là, lớn hơn hoặc nhỏ hơn) so với phương sai thực. Ước lượng phương sai từ các phân bố khác có thể thay đổi nhiều hơn.

7.2 Bố trí hai chiều không lặp lại

7.2.1 Thiết kế

Thực nghiệm bao gồm biến động theo hai yếu tố khác nhau (ví dụ, cá thể thử và phương tiện đo) với một quan trắc trên mỗi tổ hợp yếu tố. Gọi p là số mức đối với yếu tố quan tâm thứ nhất và q là số mức đối với yếu tố thứ hai, sao cho có pq quan trắc x_{ij} , trong đó chỉ số dưới ký hiệu mức i của Yếu tố 1 và mức j của Yếu tố 2.

7.2.2 Kiểm tra sơ bộ

Tính trung bình $\bar{x}_{i\bullet}$ của tất cả các dữ liệu đối với từng mức i của Yếu tố 1, trung bình $\bar{x}_{\bullet j}$ của tất cả các dữ liệu đối với từng mức j của Yếu tố 2, và trung bình \bar{x} đối với tất cả các dữ liệu. Tính phần dư d_{ij} từ

$$d_{ij} = x_{ij} - \bar{x}_{i\bullet} - \bar{x}_{\bullet j} + \bar{x} \quad (1)$$

Vẽ đồ thị phần dư theo thứ tự loạt và kiểm tra xu hướng không mong muốn và các quan trắc bất thường. Ngoài ra, chuẩn bị đồ thị xác suất chuẩn và kiểm tra các sai lệch quá lớn so với tính chuẩn. Kiểm tra và hiệu chỉnh mọi giá trị lạc, bằng cách đo lại nếu cần. Nếu tìm thấy các quan trắc bất thường và không thể hiệu chỉnh hợp lý thì kiểm tra các giá trị khác trong cùng mức yếu tố. Nếu các giá trị trong cùng mức của một yếu tố đều không phù hợp (ví dụ, nếu các kết quả cho một vật liệu thử cụ thể không chụm một cách bất thường), thì loại bỏ toàn bộ dữ liệu từ mức yếu tố đó trước khi ước lượng phương sai. Nếu điều này ảnh hưởng lên nhiều hơn một mức yếu tố thì dừng phân tích và xử lý các mức yếu tố khác nhau riêng rẽ hoặc nghiên cứu nguyên nhân và lặp lại thực nghiệm.

CHÚ THÍCH: Có thể loại giá trị khuyết đơn lẻ nếu nó không nhất quán với hiệu năng bình thường của phép đo, tức là, có thể quy cho nguyên nhân phương tiện đo hoặc nguyên nhân khác. Xem phần "xử lý giá trị khuyết" dưới đây đối với phân tích thêm.

7.2.3 Ước lượng thành phần phương sai

Tiến hành phân tích phương sai để thu được bảng ANOVA có dạng trình bày trong Bảng 1.

Bảng 1 – Bảng ANOVA đối với thiết kế hai chiều không lặp lại

Yếu tố	SS	DF	MS	Trung bình bình phương mong đợi
Yếu tố 1	S_1	$p - 1$	$M_1 = S_1/(p - 1)$	$\sigma_r^2 + q\sigma_1^2$
Yếu tố 2	S_2	$q - 1$	$M_2 = S_2/(q - 1)$	$\sigma_r^2 + p\sigma_2^2$
Phản dư	S_r	$(p - 1)(q - 1)$	$M_r = S_r/[(p - 1)(q - 1)]$	σ_r^2
Tổng	$S_{\text{tot}} = S_1 + S_2 + S_r$	$pq - 1$	$M_{\text{tot}} = S_{\text{tot}}/(pq - 1)$	

Từ bảng, các ước lượng phương sai s_1^2 , s_2^2 và s_r^2 đối với Yếu tố 1, Yếu tố 2 và phương sai lặp lại, tương ứng, được cho bởi

$$s_1^2 = \frac{M_1 - M_r}{q} \text{ với } p - 1 \text{ bậc tự do}$$

$$s_2^2 = \frac{M_2 - M_r}{p} \text{ với } q - 1 \text{ bậc tự do}$$

$$s_r^2 = M_r$$

Trường hợp thành phần phương sai nhỏ hơn "không" và được quan tâm để ước lượng độ không đảm bảo hơn là để đánh giá độ không đảm bảo của giá trị trung bình từ thực nghiệm, đặt ước lượng bằng "không".

Ví dụ: Trong thiết kế khối ngẫu nhiên hóa sử dụng để xác định phương sai giữa các đơn vị của một mẫu chuẩn, phương sai giữa các đơn vị được quan tâm để đánh giá độ không đảm bảo dù là trung bình của thực nghiệm thuần nhất không quan trọng.

7.2.4 Độ không đảm bảo chuẩn đối với trung bình của tất cả các quan trắc

Trường hợp thực nghiệm dự kiến để thu được giá trị trung bình \bar{x} trên toàn bộ các quan trắc và tất cả các ước lượng phương sai đều dương, thì độ không đảm bảo chuẩn phát sinh từ độ lặp lại, r , và từ độ biến động trong hai yếu tố thực nghiệm F_1 và F_2 là trùng với sai số chuẩn $s_{\bar{x}}$ tính được từ

$$s_{\bar{x}} = \sqrt{\frac{s_1^2}{p} + \frac{s_2^2}{q} + \frac{s_r^2}{pq}} \quad (2)$$

Khi một hoặc nhiều ước lượng phương sai là âm hoặc bằng "không", thì đặt số hạng tương ứng trong Công thức (2) bằng "không" chỉ khi độ không đảm bảo chuẩn trong trung bình được quan tâm hoặc, nếu bậc tự do hiệu dụng cũng được quan tâm, tiến hành như trong 7.2.5.2.

7.2.5 Bậc tự do đối với độ không đảm bảo chuẩn

7.2.5.1 Tất cả các ước lượng phương sai đều dương

Khi tất cả các ước lượng phương sai đều dương:

- tính

$$\nu_{\text{eff}} = \frac{(M_1 + M_2 - M_r)^2}{\frac{M_1^2}{p-1} + \frac{M_2^2}{q-1} + \frac{M_r^2}{(p-1)(q-1)}} \quad (3)$$

- đặt bậc tự do ν_s đối với $s_{\bar{x}}$ là

$$\nu_s = \max [\min (p-1, q-1), \nu_{\text{eff}}] \quad (4)$$

7.2.5.2 Một hoặc nhiều ước lượng phương sai bằng không hoặc âm

Khi một trong các ước lượng phương sai s_1^2 hoặc s_2^2 bằng không hoặc âm (xem 7.2.3):

- loại số hạng tương ứng khỏi mô hình và tính lại như phân tích phương sai một chiều ("mô hình rút gọn") để có một trung bình bình phương giữa các nhóm M_b với bậc tự do ν_b ;

CHÚ THÍCH: Việc phân tích phương sai cũng đưa ra trung bình bình phương trong nhóm M_w mà không được sử dụng thêm ở đây).

- tính sai số tiêu chuẩn $s_{\bar{x}}$ từ

$$s_{\bar{x}} = \sqrt{\frac{M_b}{pq}};$$

- đặt số bậc tự do bằng bậc tự do gắn với trung bình bình phương giữa các nhóm trong mô hình rút gọn.

Khi ước lượng phương sai đối với cả hai yếu tố ngẫu nhiên bằng không hoặc âm, xử lý tập dữ liệu hoàn chỉnh như pq quan trắc độc lập:

- tính độ lệch chuẩn s theo cách thông thường;

- tính sai số tiêu chuẩn $s_{\bar{x}}$ từ

$$s_{\bar{x}} = \sqrt{\frac{s^2}{pq}};$$

- đặt bậc tự do đối với sai số tiêu chuẩn bằng $pq - 1$.

7.3 Thực nghiệm cân bằng hai chiều có lặp lại (cả hai yếu tố ngẫu nhiên)

7.3.1 Thiết kế

Thực nghiệm bao gồm biến động trong hai yếu tố khác nhau (ví dụ, cá thể thử và loạt đo) với một quan trắc trên mỗi tổ hợp yếu tố. Lấy p là số mức đối với yếu tố quan tâm thứ nhất, q là số mức đối với yếu tố thứ hai, và n là số quan trắc trên một tổ hợp yếu tố, sao cho có pqn quan trắc.

7.3.2 Kiểm tra sơ bộ

Tính các trung bình ô, trừ đi dữ liệu và vẽ đồ thị phần dư thu được theo thứ tự loạt để kiểm tra xu hướng không mong muốn hoặc giá trị bất thường. Nếu tìm thấy các giá trị phân tán thì chúng cần được kiểm tra và hiệu chỉnh nếu có thể. Nếu không thể hiệu chỉnh và nếu sự phân tán có thể quy cho sai số phương tiện đo hoặc nguyên nhân xác định được khác, thì loại đi điểm dữ liệu đó và xem phần "xử lý giá trị khuyết".

Kiểm tra đồ thị xác suất chuẩn của các phần dư để kiểm tra sai lệch đáng kể so với tính chuẩn như nêu ở trên.

Có thể tính thống kê Mandel đối với các ô và vẽ đồ thị như trong TCVN 6910-2 (ISO 5725-2). Kiểm tra trung bình ô cực trị (Mandel h) hoặc độ lệch chuẩn cực trị (Mandel k) và nếu cần thì hiệu chỉnh mọi dữ liệu lạc.

CHÚ THÍCH: Trong các thực nghiệm tiến hành hai lần, các giá trị bất thường đơn lẻ trong dữ liệu kép sẽ thường xuất hiện như cặp giá trị bất thường cách đều trung bình đối với ô đó.

7.3.3 Tách thành phần phương sai

a) Tiến hành phân tích phương sai với các tương tác. Điều này sẽ cho bảng có dạng như trình bày trong Bảng 2.

Bảng 2 – Bảng ANOVA đối với thiết kế hai chiều có lặp lại, cả hai ảnh hưởng ngẫu nhiên

Yếu tố	SS	DF	MS	Trung bình bình phương mong đợi
Yếu tố 1	S_1	$p - 1$	$M_1 = S_1/(p - 1)$	$\sigma_r^2 + n\sigma_1^2 + qn\sigma_1^2$
Yếu tố 2	S_2	$q - 1$	$M_2 = S_2/(q - 1)$	$\sigma_r^2 + n\sigma_1^2 + pn\sigma_1^2$
Tương tác	S_t	$(p - 1)(q - 1)$	$M_t = S_t/[(p - 1)(q - 1)]$	$\sigma_2^2 + n\sigma_1^2$
Phần dư ^a	S_r	$pq(n - 1)$	$M_r = S_r/[(pq(n - 1))]$	σ_r^2
Tổng	$S_{tot} = S_1 + S_2 + S_t + S_r$	$pqn - 1$	$M_{tot} = S_{tot}/(pqn - 1)$	

^a Số hạng dư trong phân tích phương sai hai chiều có lặp lại đôi khi được gọi là số hạng "trong nhóm".

b) Tính các ước lượng phương sai s_1^2, s_2^2, s_1^2 và s_r^2 đối với Yếu tố 1, Yếu tố 2, số hạng tương tác và phương sai lặp lại, tương ứng, như sau:

$$s_1^2 = \frac{M_1 - M_I}{qn} \text{ với } p-1 \text{ bậc tự do}$$

$$s_2^2 = \frac{M_2 - M_I}{pn} \text{ với } q-1 \text{ bậc tự do}$$

$$s_1^2 = \frac{M_I - M_r}{n} \text{ với } (p-1)(q-1) \text{ bậc tự do}$$

$$s_r^2 = M_r$$

Khi thành phần phương sai nhỏ hơn không và được quan tâm để đánh giá độ không đảm bảo hơn là để xác định độ không đảm bảo gắn với giá trị trung bình của thực nghiệm, thì đặt ước lượng bằng không.

7.3.4 Độ không đảm bảo chuẩn đối với trung bình của tất cả các quan trắc

Khi thực nghiệm dự kiến để thu được giá trị trung bình \bar{x} trên toàn bộ các quan trắc và tất cả các ước lượng phương sai đều dương, độ không đảm bảo chuẩn phát sinh từ độ lặp lại, r , và từ độ biến động trong hai yếu tố thực nghiệm F_1 và F_2 và số hạng tương tác I , sẽ bằng sai số tiêu chuẩn $s_{\bar{x}}$ tính được từ

$$s_{\bar{x}} = \sqrt{\frac{s_1^2}{p} + \frac{s_2^2}{q} + \frac{s_1^2}{pq} + \frac{s_r^2}{npq}} \quad (5)$$

Khi một hoặc nhiều ước lượng phương sai là âm hoặc bằng không, thì đặt số hạng tương ứng trong Công thức (5) bằng "không" chỉ khi độ không đảm bảo chuẩn trong trung bình được quan tâm hoặc, nếu bậc tự do hiệu dụng cũng được quan tâm, tiến hành như trong 7.3.5.2.

CHÚ THÍCH: Có thể hữu ích khi tính và kiểm tra các thống kê F và p-giá trị đi kèm để xác định các yếu tố cụ thể có quan trọng hay không. Khi hệ số tương tác không đáng kể so với số hạng (dự) trong nhóm, thì các ảnh hưởng yếu tố đơn lẻ có thể được ước lượng bằng phân tích phương sai hai chiều không lặp lại, áp dụng cho trung bình ô, hoặc bằng cách lập bảng phân tích phương sai chỉ cho các ảnh hưởng chính.

7.3.5 Bậc tự do đối với độ không đảm bảo chuẩn

7.3.5.1 Tất cả các ước lượng phương sai đều dương

Khi tất cả các ước lượng phương sai đều dương:

– tính bậc tự do hiệu dụng, v_{eff} , là:

$$\nu_{\text{eff}} = \frac{(M_1 + M_2 - M_r)^2}{\frac{M_1^2}{p-1} + \frac{M_2^2}{q-1} + \frac{M_r^2}{(p-1)(q-1)}} \quad (6)$$

- đặt bậc tự do ν_s đối với $s_{\bar{x}}$ là:

$$\nu_s = \max [\min (p-1, q-1), \nu_{\text{eff}}] \quad (7)$$

trong đó, $\max(\cdot)$ ký hiệu giá trị lớn nhất của các số hạng nằm trong ngoặc còn $\min(\cdot)$ ký hiệu cho giá trị nhỏ nhất.

7.3.5.2 Phương sai tương tác bằng không hoặc âm

Nếu ước lượng phương sai s_i^2 đối với số hạng tương tác bằng "không" hoặc âm:

- tính lại bảng ANOVA bằng cách sử dụng mô hình 'chỉ có ảnh hưởng chính' để có được phân tích phương sai có dạng như Bảng 3.

Bảng 3 – Bảng ANOVA đối với thiết kế hai chiều có lặp lại, cả hai ảnh hưởng ngẫu nhiên (bò tương tác)

Yếu tố	SS	DF	MS	Trung bình bình phương mong đợi
Yếu tố 1	S_1	$p-1$	$M_1 = S_1/(p-1)$	$\sigma_r^2 + qn\sigma_1^2$
Yếu tố 2	S_2	$q-1$	$M_2 = S_2/(q-1)$	$\sigma_r^2 + pn\sigma_2^2$
Phản dư ^a	S_r'	$pqn-p-q+1$	$M_r' = S_r'/(pqn-p-q+1)$	σ_r^2
Tổng	$S'_{\text{tot}} = S_1 + S_2 + S_r'$	$pqn-1$	$M'_{\text{tot}} = S'_{\text{tot}}/(pqn-1)$	

CHÚ THÍCH: Bảng này có thể xây dựng từ Bảng 2 bằng cách tính $S_r' = S_r + S_1$ và sử dụng các bậc tự do như nêu trên.

^a Số hạng dư trong phân tích phương sai hai chiều có lặp lại đôi khi được gọi là số hạng 'trong nhóm'.

- tính lại s_1^2, s_2^2 và s_r^2 như sau:

$$s_1^2 = \frac{M_2 - M_r'}{qn} \quad \text{với } p-1 \text{ bậc tự do}$$

$$s_2^2 = \frac{M_1 - M_r'}{pn} \quad \text{với } q-1 \text{ bậc tự do}$$

$$s_r^2 = M_r' \quad \text{với } (pqn-p-q+1) \text{ bậc tự do}$$

Nếu cả hai ước lượng phương sai s_1^2 và s_2^2 đều dương:

- tính lại $s_{\bar{x}}^2$ từ

$$s_{\bar{x}}^2 = \sqrt{\frac{s_1^2}{p} + \frac{s_2^2}{q} + \frac{s_r^2}{npq}}$$

- tính lại bậc tự do hiệu dụng v_{eff} là

$$v_{\text{eff}} = \frac{(M_1 + M_2 - M_r)^2}{\frac{M_1^2}{p-1} + \frac{M_2^2}{q-1} + \frac{M_r^2}{pqn-p-q+1}}$$

- đặt bậc tự do v_s đối với $s_{\bar{x}}^2$ là

$$v_s = \max [\min (p-1, q-1), v_{\text{eff}}]$$

trong đó $\max(\cdot)$ ký hiệu cho giá trị lớn nhất của các số hạng trong ngoặc và minh (\cdot) là giá trị nhỏ nhất.

Nếu một hoặc cả s_1^2 hoặc s_2^2 bằng không hoặc âm thì rút gọn thêm phân tích bằng cách loại bỏ (các) số hạng tương ứng với phương sai âm và tiến hành như trong 7.2.5.2.

7.3.5.3 Một ước lượng phương sai yếu tố bằng không hoặc âm

Khi s_1^2 hoặc s_2^2 bằng không hoặc âm, loại bỏ số hạng tương ứng khỏi mô hình và phân tích lại như phân tích phương sai hai yếu tố lồng theo các phương pháp nêu trong TCVN 10862 (ISO/TS 21749).

7.4 Thực nghiệm cân bằng hai chiều có lặp lại (một yếu tố cố định, một yếu tố ngẫu nhiên)

7.4.1 Thiết kế

Thực nghiệm bao gồm biến động theo hai yếu tố khác nhau (ví dụ, cá thể thử và loạt đo) với một quan trắc trên mỗi tổ hợp yếu tố. Tuy nhiên, một trong hai yếu tố là đối tượng nghiên cứu và duy trì là ảnh hưởng cố định; tức là, các mức của yếu tố không được chọn ngẫu nhiên từ tổng thể lớn hơn và ảnh hưởng của chúng là không đổi theo thời gian. Đối với mục đích của tiêu chuẩn này, Yếu tố 2 được lấy làm ảnh hưởng cố định. Như trước đây, lấy p là số mức đối với yếu tố quan tâm thứ nhất, q là số mức đối với yếu tố thứ hai, và n là số quan trắc trên một tổ hợp yếu tố, sao cho có pqn quan trắc.

CHÚ THÍCH: Thông tin về yếu tố cố định (Yếu tố 2) không hữu ích trong thực nghiệm độ không đảm bảo nhưng vẫn có thể quan trọng và nếu vậy thì cần được nghiên cứu thêm.

7.4.2 Kiểm tra sơ bộ

Việc kiểm tra cần tuân thủ quy trình giống như đối với bố trí hai chiều có cả hai yếu tố ngẫu nhiên.

7.4.3 Tách thành phần phương sai

a) Tiến hành phân tích phương sai 'với các tương tác'. Điều này sẽ cho bảng có dạng như trình bày trong Bảng 4.

Bảng 4 – Bảng ANOVA đối với thiết kế hai chiều có lặp lại, một ảnh hưởng cố định

Yếu tố	SS	DF	MS	Trung bình bình phương mong đợi
Yếu tố 1 (Ngẫu nhiên)	S_1	$p - 1$	$M_1 = S_1/(p - 1)$	$\sigma_r^2 + n\sigma_I^2 + nq\sigma_1^2$
Yếu tố 2 (Cố định) ^{a)}	S_2	$q - 1$	$M_2 = S_2/(q - 1)$	$\sigma_r^2 + n\sigma_I^2 + np\sigma_2^2$ ^{c)}
Tương tác	S_I	$(p - 1)(q - 1)$	$M_I = S_I/[(p - 1)(q - 1)]$	$\sigma_r^2 + n\sigma_I^2$
Phản dư ^{b)}	S_r	$pq(n - 1)$	$M_r = S_r/[(pq(n - 1))]$	σ_r^2
Tổng	$S_{tot} = S_1 + S_2 + S_I + S_r$	$pqn - 1$	$M_{tot} = S_{tot}/(pqn - 1)$	

^{a)} Thống kê F đối với ảnh hưởng cố định, Yếu tố 2, được tính bằng cách chia cho trung bình bình phương đối với số hạng tương tác vì trung bình bình phương kỳ vọng bao gồm sai lệch ngẫu nhiên gắn với tương tác ngẫu nhiên với Yếu tố 1.

^{b)} Số hạng dư trong phân tích phương sai hai chiều có lặp lại đôi khi được gọi là số hạng "trong nhóm".

^{c)} Nói một cách chặt chẽ, ảnh hưởng của Yếu tố 2, ký hiệu là σ_2^2 trong bảng này, không phải là phương sai mà là hằng của sai lệch cố định so với trung bình.

b) Tính các ước lượng phương sai s_1^2 , s_I^2 và s_r^2 đối với Yếu tố 1, số hạng tương tác và phương sai lặp lại, tương ứng, như sau:

$$s_1^2 = \frac{M_1 - M_L}{qn} \text{ với } p - 1 \text{ bậc tự do}$$

$$s_I^2 = \frac{M_I - M_r}{n} \text{ với } (p - 1)(q - 1) \text{ bậc tự do}$$

$$s_r^2 = M_r$$

CHÚ THÍCH: Không có thành phần phương sai nào được tính cho Yếu tố 2 vì nó được lấy làm ảnh hưởng cố định. Số hạng tương tác được lấy làm ngẫu nhiên vì nó phát sinh từ sự tương tác giữa ảnh hưởng cố định và ảnh hưởng ngẫu nhiên.

7.4.4 Độ không đảm bảo chuẩn đối với trung bình của tất cả các quan trắc

Khi thực nghiệm dự kiến để thu được giá trị trung bình \bar{x} trên toàn bộ các quan trắc, độ không đảm bảo chuẩn phát sinh từ độ lặp lại và từ độ biến động trong hai yếu tố thực nghiệm sẽ bằng sai số tiêu chuẩn $s_{\bar{x}}$ tính được từ

$$s_{\bar{x}} = \sqrt{\frac{s_1^2}{p} + \frac{s_I^2}{pq} + \frac{s_r^2}{npq}}$$

CHÚ THÍCH 1: Nếu ảnh hưởng cố định có ý nghĩa thống kê thì sẽ không thích hợp khi ước lượng một giá trị trung bình cho tất cả các quan trắc. Thay vào đó, các giá trị trung bình cho từng mức của ảnh hưởng cố định được ước lượng riêng.

CHÚ THÍCH 2: So sánh theo cặp giữa các giá trị trung bình đối với các mức khác nhau của ảnh hưởng cố định cho phép có sự tương quan tạo ra bởi các ảnh hưởng chung của Yếu tố 1. Điều này nằm ngoài phạm vi của tiêu chuẩn này.

7.4.5 Bậc tự do đối với độ không đảm bảo chuẩn

Bậc tự do đối với sai số tiêu chuẩn $s_{\bar{x}}$ và đối với độ lệch chuẩn ước lượng s_1 cần được lấy bằng $p-1$.

8 Ứng dụng vào các quan trắc trên thang đo tương đối

Một số thực nghiệm thu được dữ liệu dưới dạng sai lệch tương đối $d_i = (x_i - x_{ref})/x_{ref}$ so với giá trị quy chiếu x_{ref} , hoặc như tỷ số $r_i = x_i/x_{ref}$. Ví dụ, trong hóa phân tích, phô biến là nghiên cứu khả năng thu hồi của vật liệu được bổ sung vào vật liệu thử (thường là mẫu trắng) và báo cáo kết quả theo tỷ lệ hoặc phần trăm lượng thêm vào. Đôi khi cũng thuận tiện khi kiểm tra độ phân tán của các kết quả tương đối x_i/x_{ref} hoặc x_i/\bar{x} (trong đó \bar{x} là trung bình của các quan trắc) tại một số giá trị của đại lượng đo khác nhau với kỳ vọng là độ lệch chuẩn tỷ lệ với giá trị của đại lượng đo ở mức xấp xỉ tốt, cho phép mô tả hiệu năng ở dạng độ lệch chuẩn tương đối không đổi gần đúng.

Các phương pháp mô tả trong Điều 6 của tiêu chuẩn này có thể áp dụng cho các quan trắc tương đối.

CHÚ THÍCH 1: Các thành phần phương sai và độ lệch chuẩn thu được từ việc sử dụng các quan trắc tương đối là phương sai và độ lệch chuẩn của các giá trị tương đối và không phải lúc nào cũng có thể xử lý an toàn các giá trị này như các ước lượng của độ không đảm bảo chuẩn tương đối $s_{u(y)/y}$. Cách giải thích này chỉ hợp lệ khi độ không đảm bảo của giá trị quy chiếu là không đáng kể so với độ phân tán của các kết quả hoặc khi độ phân tán các kết quả nhỏ so với giá trị quy chiếu và độ phân tán có thể được chứng tỏ là tỷ lệ với giá trị đại lượng đo ở mức xấp xỉ thích hợp trong dải quan tâm. Mức xấp xỉ thích hợp cho mục đích này là mức cho thấy sai lệch so với giá trị chính xác là nhỏ so với độ không đảm bảo tương ứng trong độ lệch chuẩn ước lượng (xem 7.1).

CHÚ THÍCH 2: Có thể sử dụng $s(x/\bar{x})$ như ước lượng của $s_{u(y)/y}$ trong đó, ví dụ, $s(x/\bar{x}) < 0,1$ nhưng cần kiểm tra độ chênh thu được.

CHÚ THÍCH 3: Để gộp độ lệch chuẩn tương đối trong nhiều mức (các giá trị của đại lượng đo), có thể cần coi giá trị của đại lượng đó như một trong các yếu tố (cố định) quan tâm. Một số cơ quan có thẩm quyền có thể khuyến nghị lấy lôga trước khi xử lý dữ liệu tỷ lệ; trường hợp thực hiện việc này, độ lệch chuẩn thu được của giá trị lôga cần được chuyển đổi thành độ không đảm bảo chuẩn. Đối với mục đích này, phép gần đúng $s[\ln(X)]$ xấp xỉ $s(X)/E[X]$ đúng với xấp xỉ hai chữ số có nghĩa nếu $s(X)/E[X] < 0,1$; tức là, độ lệch chuẩn của log Nepe của dữ liệu thô xấp xỉ bằng độ lệch chuẩn tương đối của dữ liệu thô.

9 Sử dụng thành phần phương sai trong các phép đo tiếp theo

Có thể sử dụng các thành phần phương sai ước lượng như trong Điều 7 cho các thực nghiệm sau đó với điều kiện là ảnh hưởng được coi là có độ lớn tương tự. Ví dụ, có thể sử dụng phương sai thu được khi nghiên cứu ảnh hưởng của phương tiện đo làm cơ sở cho độ không đảm bảo chuẩn, như xác định trong TCVN 9595-3 (ISO/IEC Guide 98-3), đối với phép đo khối lượng trên thiết bị thuộc loại gần tương tự như loại nghiên cứu và đối với khối lượng tương tự như khối lượng nghiên cứu.

Trường hợp thực nghiệm như vậy lấy trung bình ảnh hưởng của n_F mức của yếu tố F , đóng góp độ không đảm bảo u_F được tính từ

$$u_F = \sqrt{\frac{S_F^2}{n_F}} \quad (8)$$

trong đó S_F là độ lệch chuẩn rút ra từ các quy trình ở trên.

10 Các xử lý khác

10.1 Ước lượng hợp lý cực đại hạn chế (hoặc dư)

Thành phần phương sai tách bằng phần mềm chuyên dụng là được phép với điều kiện là phần mềm trả về ước lượng hợp lý cực đại hạn chế ("REML") của phương sai.

CHÚ THÍCH: Ước lượng REML được đảm bảo là không âm.

10.2 Các phương pháp khác đối với mô hình rút gọn

Chỉ loại các số hạng khôi phân tích khi dự kiến ước lượng phương sai tương ứng đạt đến "không" để giữ lại càng nhiều số hạng của mô hình càng tốt. Điều này được thúc đẩy bởi hai xem xét:

- Loại bỏ sớm các số hạng khôi mô hình dựa trên kiểm nghiệm ý nghĩa là không đủ bảo vệ khi số bậc tự do nhỏ, vì khi đó các phát hiện không đáng kể có thể thấy ngay cả khi phương sai đúng tương ứng là quan trọng;
- Dựa trên kiến thức trước đó, có lý do hợp lý để đưa các số hạng liên quan vào mô hình.

Trường hợp bậc tự do lớn hoặc một số hạng đã được đưa vào thực nghiệm như một dự phòng, thì chuyên gia phân tích dữ liệu có thể chọn phương pháp luận ít chặt chẽ hơn cho mô hình rút gọn. Tiêu chuẩn này khuyến nghị sử dụng phương pháp luận thay thế cho tình huống này là để chọn mô hình tương ứng với giá trị nhỏ nhất đối với Chuẩn mực thông tin của Akaike (AIC). Đối với trường hợp phân tích phương sai truyền thống giả định tính chuẩn của sai số, có thể tiến hành so sánh AIC bằng cách tính chuẩn mực AIC I_{AIC} cho từng mô hình:

$$I_{AIC} = N \ln(S_r / N) + 2(N - v_r) \quad (9)$$

trong đó N là tổng số quan trắc, S_r là tổng (hoặc trong nhóm) dư của các bình phương từ bảng ANOVA tương ứng, và v_r là bậc tự do dư tương ứng từ chính bảng đó.

CHÚ THÍCH: Việc áp dụng AIC đơn giản này là đủ để so sánh giữa các mô hình ANOVA truyền thống nhưng khác biệt so với công thức tổng quát dựa trên logarit hợp lý tính được bằng một hằng số cộng (đối với tập dữ liệu đã cho).

11 Xử lý dữ liệu khuyết

Nếu có các giá trị khuyết trong bảng dữ liệu tổng hợp, do phép đo thất bại hoặc bị loại bỏ vì lý do kỹ thuật, thì thành phần phương sai cần được lấy bằng cách sử dụng quy trình hợp lý cực đại hạn chế thực hiện bằng phần mềm.

Phụ lục A

(tham khảo)

Các ví dụ**A.1 Ví dụ 1: Ước lượng số hạng giữa các đơn vị bằng cách sử dụng thiết kế khối ngẫu nhiên hóa trên ba lượt****A.1.1 Tổng quan**

Thực nghiệm được dự kiến để ước lượng độ lệch chuẩn giữa các đơn vị đối với mẫu chuẩn dự kiến. Độ lệch chuẩn giữa các đơn vị sẽ hình thành cơ sở cho ước lượng tiếp theo độ không đảm bảo gắn với độ thuần nhất trong giá trị được chứng nhận cuối cùng. Số hạng giữa các đơn vị được dùng để ước lượng đóng góp của độ không thuần nhất vào độ không đảm bảo trong giá trị được chứng nhận đối với một đơn vị riêng lẻ cung cấp cho người sử dụng cuối của vật liệu. Thực nghiệm được xây dựng như một thiết kế khối ngẫu nhiên hóa trong đó 12 đơn vị vật liệu được đo một lần trong mỗi ba lượt riêng rẽ. Thứ tự lượt được ngẫu nhiên hóa đối với mỗi lượt trong số ba lượt. Bố trí này tương ứng với bố trí hai chiều không lặp lại mô tả ở 7.2.

A.1.2 Dữ liệu

Dữ liệu lấy từ nghiên cứu tính thuần nhất trên mẫu chuẩn dự kiến đối với thuốc trừ nấm malachite green trong mô cá. Thực nghiệm là thiết kế khối ngẫu nhiên, với một quan trắc trên từng mẫu trong số 12 đơn vị vật liệu trong mỗi trong số ba lượt phương tiện đo, các quan trắc được lấy theo thứ tự ngẫu nhiên. Các đơn vị được chọn ngẫu nhiên từ mẻ thử là 100. Dữ liệu được liệt kê theo thứ tự đơn vị trong Bảng A.1.

Bảng A.1 – Dữ liệu thuần nhất đối với mẫu chuẩn dự kiến

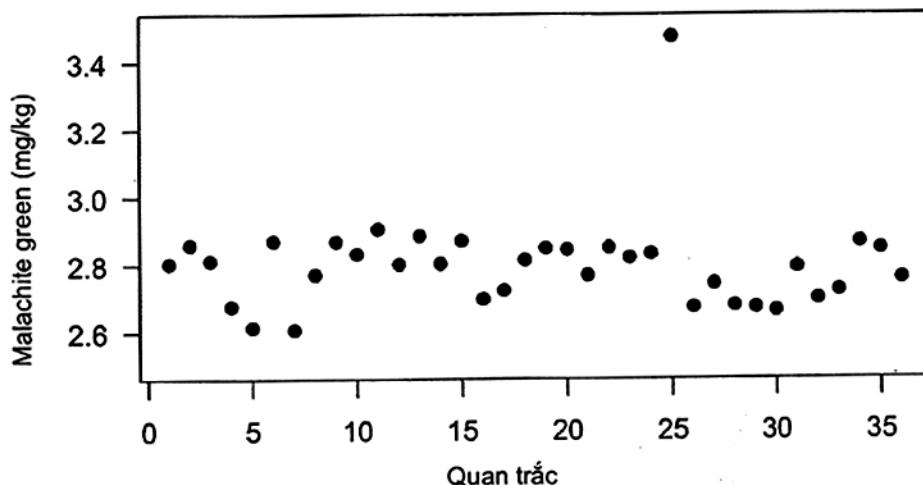
Đơn vị	Lượt		
	Lượt 1	Lượt 2	Lượt 3
2	2,801 8	2,845 7	2,791 2
10	2,860 1	2,832 3	2,722 1
14	2,832 6	2,849 4	2,661 9
20	2,872 2	2,872 3	3,474 2
23	2,614 3	2,821 6	2,866 6
34	2,677 9	2,723 2	2,742 9
37	2,907 7	2,813 7	2,672 3
43	2,869 6	2,851 6	2,697 1
51	2,608 3	2,697 5	2,678 1
56	2,804 8	2,887 4	2,757 9
60	2,771 6	2,803 5	2,673 0
65	2,812 5	2,768 8	2,846 1

Bảng trình bày hàm lượng malachite green đo được theo mg kg^{-1} theo thứ tự đơn vị mẫu chuẩn trong các lượt.

A.1.3 Xem xét dữ liệu

Dữ liệu từ Bảng A.1 được vẽ theo thứ tự lượt trên Hình A.1. Dữ liệu cho thấy không có ảnh hưởng lượt nhiều nhưng có giá trị bất thường ghi nhận ở quan trắc 25. Việc kiểm tra đầu ra phương tiện đo gợi ý khả năng lỗi phương tiện đo đối với một quan trắc đơn vị mẫu chuẩn 20. Theo 7.2.2, tất cả các quan trắc đối với đơn vị 20 được loại khỏi tập dữ liệu.

Trình tự lượt trong các lượt



Hình A.1 – Dữ liệu thuần nhất đối với mẫu chuẩn dự kiến (thứ tự lượt)

Hình A.1 thể hiện dữ liệu từ Bảng A.1, vẽ theo trình tự lượt.

A.1.4 Ước lượng thành phần phương sai

Phân tích bảng phương sai đối với dữ liệu trong Bảng A.1 được thể hiện trong Bảng A.2. Theo 7.2.3, thành phần phương sai ước lượng là

$$s_{\text{đơn vị}}^2 = s_1^2 = \frac{0,00721 - 0,00577}{3} = 0,000\ 48 \text{ với } 10 \text{ bậc tự do (có } 11 \text{ đơn vị sau khi loại đơn vị 20)}$$

$$s_{\text{lượt}}^2 = s_2^2 = \frac{0,01413 - 0,00577}{11} = 0,000\ 76 \text{ với } 2 \text{ bậc tự do}$$

$$s_r^2 = 0,005\ 77 \text{ với } 20 \text{ bậc tự do}$$

Do đó, độ lệch chuẩn giữa các đơn vị là $0,022 \text{ mg kg}^{-1}$.

CHÚ THÍCH: Độ không đảm bảo bao gồm trong trường hợp mẫu chuẩn được chứng nhận được thảo luận chi tiết trong TCVN 8245 (ISO Guide 35) và có thể lớn hơn độ lệch chuẩn giữa các đơn vị.

Bảng A.2 – Phân tích phương sai đối với dữ liệu thuần nhất của mẫu chuẩn

Ảnh hưởng	Df	Sq tổng	Sq trung bình	Giá trị F	Pr (>F)
Đơn vị	10	0,072 1	0,007 21	1,25	0,32
Lượt	2	0,028 3	0,014 13	2,45	0,11
Phản dư	20	0,115 4	0,005 77		

A.2 Ví dụ 2: Độ không đảm bảo chuẩn gắn với lượt và ảnh hưởng của đơn vị trong phép đo mô tả đặc trưng mẫu chuẩn

A.2.1 Tổng quan

Ví dụ này mô tả việc xác định độ không đảm bảo chuẩn gắn với độ biến động ngẫu nhiên trong thực nghiệm chéo hai yếu tố để xác định giá trị quy chiếu đối với thùy ngân trong mẫu chuẩn (RM) dự kiến.

A.2.2 Dữ liệu

Thực nghiệm bao gồm các phép đo pha loãng đồng vị. Ba đơn vị (chai) mẫu chuẩn được chọn ngẫu nhiên từ mẻ sản xuất và đo. Đối với mỗi đơn vị, thực hiện các phép đo lặp ở từng lượt trong số ba lượt khác nhau. Các quan trắc được thực hiện theo thứ tự ngẫu nhiên trên mỗi lượt trong số ba lượt. Các kết quả thu được được trình bày trong Bảng A.3.

Bảng A.3 – Phép đo thùy ngân ($\mu\text{g kg}^{-1}$) trên mẫu chuẩn thạch cao dự kiến

Số đơn vị RM	Lượt		
	A	B	C
77	627,247	650,980	649,989
77	632,721	655,328	638,066
87	627,170	638,822	641,432
87	613,682	634,851	643,924
127	635,729	648,628	641,972
127	638,025	657,087	651,948

A.2.3 Xem xét dữ liệu

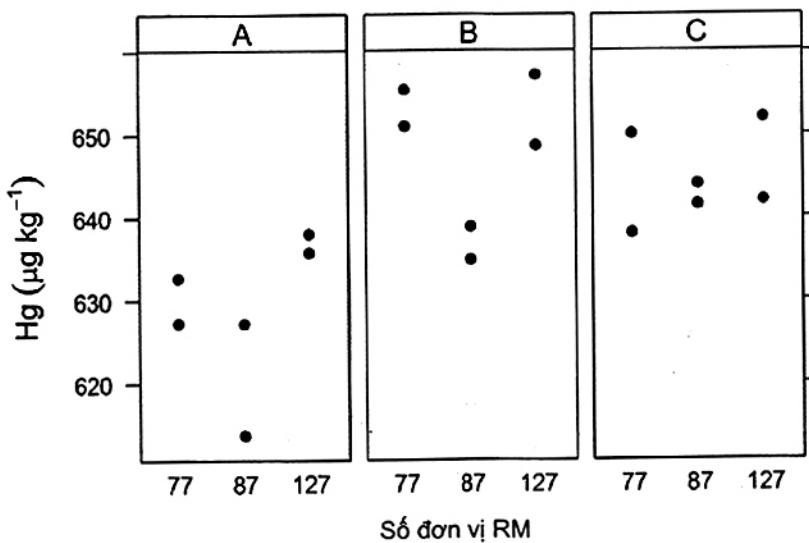
Dữ liệu từ Bảng A.3 được vẽ trên Hình A.2, nhóm theo lượt đo và số đơn vị RM. Có một gợi ý chắc chắn về sự khác biệt giữa các lượt khác nhau (lượt A luôn thấp hơn lượt B và lượt C), và có khả năng khác biệt giữa các đơn vị. Không có giá trị bất thường nào nghiêm trọng. Đồ thị xác suất chuẩn của phản dư được tính như trong 7.3.2 không đưa ra lý do nào để nghi ngờ tính không chuẩn.

A.2.4 Phân tích thành phần phương sai

Phân tích phương sai hai chiều cho phép sự tương tác dẫn đến bảng ANOVA thể hiện như Bảng A.4.

Bảng A.4 – Phân tích phương sai đối với dữ liệu thủy ngân trong mẫu chuẩn dự kiến

Yếu tố	SS	DF	MS
Đơn vị	485,08	2	242,54
Lượt	1182,74	2	591,37
Đơn vị:Lượt	155,77	4	38,94
Phản dư	285,64	9	31,74

**Hình A.2 – Đo thủy ngân trên mẫu chuẩn thạch cao dự kiến**

Hình A.2 thể hiện các phép đo được nhóm theo lượt và số đơn vị RM.

Cả đơn vị RM và sai số lượt đều là ảnh hưởng ngẫu nhiên trong thực nghiệm này. Do đó, các ước lượng phương sai s_1^2, s_2^2, s_f^2 và s_r^2 đối với Yếu tố 1 (số hạng đơn vị), Yếu tố 2 (số hạng lượt), số hạng tương tác và phương sai lặp lại, tương ứng, được tính từ Bảng A.4 như sau đây:

$$s_1^2 = \frac{242,54 - 38,94}{3 \times 2} = 33,93 \text{ với } 3 - 1 = 2 \text{ bậc tự do}$$

$$s_2^2 = \frac{591,37 - 38,94}{3 \times 2} = 92,07 \text{ với } 3 - 1 = 2 \text{ bậc tự do}$$

$$s_f^2 = \frac{38,94 - 31,74}{2} = 3,60 \text{ với } (3 - 1)(3 - 1) = 4 \text{ bậc tự do}$$

$$s_r^2 = 31,74$$

CHÚ THÍCH: Trong thực nghiệm này, $n = 2$ và $p = q = 3$.

Không có thành phần phương sai nào bằng không hoặc âm, nên mô hình hiện tại được duy trì.

A.2.5 Độ không đảm bảo chuẩn đối với trung bình của tất cả các quan trắc

Trung bình của tất cả các quan trắc có thể được tính từ Bảng A.3 là $640,422 \mu\text{g kg}^{-1}$. Độ không đảm bảo chuẩn $u_{\bar{x}}$ phát sinh từ độ biến động thấy được trong thực nghiệm có thể được tính từ Công thức (5), 7.3.4 là

$$u_{\bar{x}} = s_{\bar{x}} = \sqrt{\frac{33,93}{3} + \frac{92,07}{3} + \frac{3,60}{3 \times 3} + \frac{31,74}{18}} = 6,78 \mu\text{g kg}^{-1}$$

CHÚ THÍCH: Các độ không đảm bảo khác, bao gồm (ví dụ) độ không đảm bảo hiệu chuẩn và sự cho phép độ không thuần nhất thường sẽ được kết hợp với độ không đảm bảo chuẩn tính ở đây để có được độ không đảm bảo đối với giá trị được chứng nhận.

A.2.6 Bậc tự do đối với độ không đảm bảo chuẩn

Vì tất cả các thành phần phương sai đều dương nên bậc tự do hiệu dụng đối với độ không đảm bảo chuẩn ở trên có thể được tính từ Công thức (6) và (7), 7.3.5.1. Ta có được

$$\nu_{\text{eff}} = \frac{(242,54 + 591,37 - 38,94)^2}{\frac{242,54^2}{3-1} + \frac{591,37^2}{3-1} + \frac{38,94^2}{(3-1)(3-1)}} = 3,09$$

$$\text{và } \nu_s = \max [\min (3 - 1, 3 - 1), 3,09] = 3,09$$

Do đó, bậc tự do gắn với độ không đảm bảo chuẩn tính được ở A.2.6 đặt là 3,09.

CHÚ THÍCH: Nếu thường tính khoảng tin cậy bằng cách sử dụng giá trị tương ứng của t student từ các bảng thống kê thì giá trị tính được là 3,09 sẽ được làm tròn xuống 3.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 6910-2:2001 (ISO 5725-2:1994), Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 2: Phương pháp cơ bản xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn
 - [2] TCVN 9595-3 (ISO/IEC Guide 98-3), Độ không đảm bảo đo – Phần 3: Hướng dẫn trình bày độ không đảm bảo đo (GUM:1995)
 - [3] TCVN 10862 (ISO/TS 21749), Độ không đảm bảo đo đối với các ứng dụng đo lường – Phép đo lặp lại và thực nghiệm lồng
-