Journal of Water and Wastewater
Science and Engineering (JWWSE)
DOI: 10.22112/JWWSE.2023.396294.1364

نشریه علمی
علوم و مهندسی آب و فاضلاب

ارزیابی عملکرد آزمایشگاه‌ها با مقایسات بین‌آزمایشگاهی:

آزمایشگاه مرجع شرکت آب و فاضلاب استان تهران

Evaluation of Laboratories Performance by Interlaboratory Comparisons:

Reference Laboratory of Tehran Province Water and Wastewater Company

مهتاب باغبان*، نوشین سهراب‌نیا**، محمدرضا شیرازی***، فهیمه مهرانفر****

* مدیر مرکز پایش و نظارت بر کیفیت آب و فاضلاب شرکت آب و فاضلاب استان تهران

**رئیس قسمت کالیبراسیون و LIMS آزمایشگاه مرجع شرکت آب و فاضلاب استان تهران

*** رئیس قسمت میکروبیولوژی آزمایشگاه مرجع شرکت آب و فاضلاب استان تهران

****کارشناس کنترل کیفیت شرکت آب و فاضلاب استان تهران(نویسنده مسئول)

آدرس پست الکترونیک: fmehranfar@tpww.co.ir, fmehr_63@yahoo.com

پذیرفته شده / ویرایش نشده

تاریخ دریافت: ۱۴۰۲/۰۲/۲۰
تاریخ اصلاح: ۱۴۰۲/۰۵/۳۱
تاریخ پذیرش: ۱۴۰۲/۰۶/۰۶

پذیرفته شده / ویرایش نشده

چکیده

مقدمه: آزمایشگاه مرجع شرکت آب و فاضلاب استان تهران ، با هدف کاهش هزینه‌های آزمایشگاه‌های آب و فاضلاب، اولین دوره آزمون مقایسات بین‌آزمایشگاهی را در سطح کشور در سال ۱۳۹۹ و دومین دوره را در سال ۱۴۰۰ برگزار نمود.

مواد و روش‌ها: برگزاری آزمون بر اساس استاندارد ISO/IEC17043 و دستورالعمل OP105 و محاسبات و تحلیل داده‌ها بر اساس استاندارد ISO13528 و روش‌های آزمون بر اساس روش‌های استاندارد آزمایش آب و فاضلاب انجام شد.

نتایج و بحث: در این پژوهش، از نتایج ارسال شده توسط ۶۸ شرکت‌کننده، تحلیل و ارزیابی از عملکرد آزمایشگاه‌ها انجام شد. نتایج آزمون یکنواختی نشان داد که همه نمونه‌های فیزیکوشیمیایی آب از یکنواختی مناسبی برخوردار بودند. با توجه به نتایج اندازه‌گیری‌های انجام شده در بخش فیزیکوشیمیایی آب تمامی اندازه‌ده‌ها به جز pH پایدار بودند. نتایج نشان داد که در بین اندازه‌ده‌های فیزیکوشیمیایی، بالاترین عملکرد نامطلوب شرکت‌کنندگان مربوط به آزمون کلراید و کمترین عملکرد نامطلوب مربوط به آزمون سدیم می‌باشد. در مجموع، عملکرد شرکت‌کنندگان رضایت‌بخش برآورد گردید.

نتیجه‌گیری: اجرای دو دوره مقایسات بین آزمایشگاهی نشان داد که آزمایشگاه‌های تخصصی، توانمندی اجرای این برنامه و تجزیه و تحلیل نتایج را دارند. همچنین برگزاری این آزمون در کاهش هزینه‌های آزمایشگاهی بسیار تاثیرگذار بود.

واژگان کلیدی: آزمون مهارت، مقایسات بین‌آزمایشگاهی، آزمون آماری استوار، ارزیابی عملکرد آزمایشگاه، آب و فاضلاب

Mahtab Bagheban*, Noushin Sohrabnia, Mohammadreza Shirazi***, Fahimeh Mehranfar******

*Director of Water and Wastewater Quality Monitoring and Supervising Center of Tehran Province Water and Wastewater Company

**Head of calibration and LIMS department of reference laboratory of water and Wastewater company of Tehran Province

*** Head of microbiology department of reference laboratory of water and Wastewater company of Tehran province

**** Quality control expert of water and Wastewater company of Tehran province (responsible author)

Email: fmehr_63@yahoo.com

Received: 10/05/2023
Revised: 22/08/2023
Accepted: 28/08/2023

Abstract

Introduction: reference laboratory of Tehran water and Wastewater Company, with the aim of reducing the costs of water and wastewater laboratories, conducted the first interlaboratory comparison test in 1399 and the second interlaboratory comparison in1400.

Materials and methods: The test was conducted according to the ISO/IEC17043 standard and the OP105 instruction, and data analysis were performed according to the ISO13528 standard and the test methods were based on the Standard Methods of Water and Wastewater.

Results and discussion: In this research, from the results sent by 68 participants, analysis and evaluation of the laboratories' performance was done. The results of the uniformity test showed that all the physicochemical samples of water had good uniformity. According to the results, all parameters except pH were stable. The results showed that among the physicochemical parameters, the highest unfavorable performance of the participants is related to the chloride test and the lowest unfavorable performance is related to the sodium test. Overall, the performance of the participants is satisfactory.

Conclusion: The implementation of two courses of interlaboratory comparisons showed that specialized laboratories have the ability to implement this program and analyze the results. Also, holding this test was very effective in reducing laboratory costs.

پذیرفته شده / ویراستی نشده

۱-مقدمه

نتایج اندازه‌گیری نقشی حیاتی در زندگی روزمره ما بازی می‌کند، زیرا داده‌های آزمایش ممکن است مبنایی باشد تا بر اساس آن تصمیم‌های مدیریت اقتصادی، قانونی یا زیست‌محیطی گرفته شود(IAEA, 2009). بنابراین، این موضوع که چنین اندازه‌گیری‌هایی دقیق، قابل اعتماد، مقرون به صرفه و قابل دفاع باشند، اهمیت ویژه‌ای دارد.

الزامات عمومی برای آزمایشگاه‌های آزمون و کالیبراسیون جهت تایید صلاحیت از لحاظ فنی و تولید نتایج معتبر فنی، در استاندارد ISO/IEC 17025:2017 درج شده است(International Standard ISO/IEC17025, 2017). این استاندارد بین المللی اساس اعتبارسنجی آزمایشگاه در سطح بین المللی را تشکیل می‌دهد. بخش ۷.۷ ISO/IEC 17025:2017 ایجاب می‌کند که آزمایشگاه‌ها باید روش‌های تضمین کیفیت را برای نظارت بر اعتبار آزمایش‌ها و کالیبراسیون‌های انجام‌شده برنامه‌ریزی و انجام دهند.(UKAS Policy, 2019) .

آزمایشگاه‌هایی که مایل به تایید صلاحیت توسط مراجع اعتباربخشی هستند و مایل به ادامه وضعیت اعتباربخشی اعطا شده هستند، مطالعات لازم را برای اثبات صلاحیت فنی خود انجام داده و خود مسئول نظارت بر این صلاحیت می‌باشند. یکی از راه‌های نشان دادن صلاحیت فنی، مشارکت آزمایشگاه‌ها در سازمان‌های مناسب PT و ILC و دستیابی به نتایج موفق است. (TURKAK, 2020)

مقایسه‌های بین‌آزمایشگاهی از طریق مشارکت آزمایشگاه‌ها در آزمون مشترک شامل سازماندهی، عملکرد و ارزیابی اندازه‌گیری‌ها یا آزمایش‌ها بر روی موارد مشابه یا یکسان با دو یا تعداد بیشتر آزمایشگاه مطابق با شرایط از پیش تعیین‌شده است. بنابراین، آزمایشگاه‌ها، آزمایش را در شرایط معمول انجام می‌دهند و نتیجه را در یک مهلت مشخص، به برگزارکننده گزارش می‌دهند (Voiculescu et al., 2013).

مقایسه‌های بین‌آزمایشگاهی به طور گسترده برای اهداف متعددی و در سطح بین‌المللی مورد استفاده قرار می‌گیرد(Softić et al., 2012). استاندارد بین المللی" BS EN ISO/IEC17043:2010 " ارزیابی انطباق - الزامات عمومی برای آزمون مهارت" الزامات عمومی را برای صلاحیت ارائه‌دهندگان طرح‌های آزمون مهارت و توسعه و اجرای طرح‌ها مشخص می‌کند.(BS EN ISO/IEC 17043:2010, 2010)

آزمایشگاه‌ها (و سایر انواع شرکت‌کنندگان) باید در طرح‌های مقایسات بین‌آزمایشگاهی که برای دامنه آزمایش آنها مناسب است، شرکت کنند. طرح‌های مقایسات بین آزمایشگاهی انتخاب شده باید با الزامات استاندارد بین‌المللی(ISO/IEC/17043, 2010) مطابقت داشته باشد (Henric, 2003). یک عامل کلیدی در چنین مقایسه‌هایی، نمونه و همچنین مناسب بودن مجموعه از نمونه‌های از پیش آزمون شده، برای آزمایش و نشان دادن شباهت‌ها و تفاوت‌ها در نتایج است.

آزمایشگاه شرکت‌کننده، اقلام آزمون مهارت را دریافت کرده و نتایج را برای بررسی توسط ارائه‌دهنده آزمون مهارت، ارائه می‌کند (BS EN ISO/IEC 17043:2010, 2010).

اهداف معمول یک مقایسه بین آزمایشگاهی به صورت زیر می‌باشد:

الف) ارزیابی عملکرد آزمایشگاه‌ها برای آزمایش‌ها یا اندازه‌گیری‌های خاص و نظارت بر عملکرد مستمر آزمایشگاه‌ها؛

ب) شناسایی مشکلات در آزمایشگاه‌ها و شروع اقداماتی برای بهبود که برای مثال ممکن است به روش‌های آزمایش یا اندازه‌گیری ناکافی، اثربخشی آموزش و نظارت کارکنان، یا کالیبراسیون تجهیزات مربوط باشد؛

ج) تعیین اثربخشی و مقایسه روش‌های آزمایش یا اندازه‌گیری؛

د) ارائه اطمینان بیشتر به مشتریان آزمایشگاه؛

ه) شناسایی تفاوت‌های بین‌آزمایشگاهی؛

و) آموزش آزمایشگاه‌های شرکت‌کننده بر اساس نتایج این مقایسه‌ها؛

ز) اعتبار ادعاهای عدم قطعیت؛

ح) ارزیابی ویژگی‌های عملکرد یک روش ؛

ط) تخصیص مقادیر به مواد مرجع و ارزیابی مناسب بودن آنها برای استفاده در روش‌های آزمایش یا اندازه‌گیری خاص؛

نتایج مقایسه بین آزمایشگاهی بر اساس یک مقدار تخصیص یافته شناخته شده هستند. این روش، از طریق استفاده از مواد مرجع تایید شده (CRMs) ، یا آزمایش نمونه‌ها در آزمایشگاه‌های خبره به دست می‌آید. در مواقعی که امکان استفاده از روش‌های فوق وجود ندارد، مقادیر اجماع از نتایج شرکت‌کنندگان به دست می‌آید، بنابراین، استفاده از روش‌های آماری استوار برای تخمین مقدار اختصاص یافته، توصیه می‌شود(ISO 13528, 2015).

شرکت‌های برگزار کننده‌ای در سطح دنیا، آزمون مقایسات بین‌آزمایشگاهی را طی برنامه سالانه اعلام و از آزمایشگاه‌ها جهت مشارکت در آن دعوت می‌نمایند. از شرکت‌های برگزارکننده بین المللی که امور آزمایشگاه مرجع مرکز پایش و نظارت بر کیفیت آب و فاضلاب استان تهران، تجربه مشارکت در آزمون‌های آنها را داشته است، شرکت فاپاس FAPAS انگلیس(www.fera.co.uk/privacy-policy) است. شرکت فاپاس از سال ۱۹۹۰ برزگرارکننده آزمون مهارت در سطح بین المللی در زمینه آب و مواد غذایی است.

این شرکت سالانه صدها آزمون مهارت را برای هزاران آزمایشگاه در تمام قاره‌های جهان به جز قطب جنوب ارائه می‌کند. نمونه‌های آزمایش ماتریس واقعی برای تمام زمینه‌های آزمایش معمول در زمینه‌های شیمی مواد غذایی، میکروبیولوژی مواد غذایی، مواد اصلاح‌شده ژنتیکی، شیمی آب آشامیدنی و میکروبیولوژی، شیمی محیطی و میکروبیولوژی ارائه می‌شود.

از دیگر شرکت‌های برگزارکننده بین المللی آزمون مهارت شرکت PTA استرالیا(ptaenquiry@pta.asn.au)، است. این شرکت برگزارکننده آزمون مهارت در صنایع و همچنین آب است که دارای تایید صلاحیت الزامات استاندارد بین المللی ISO/IEC 17043 ارزیابی انطباق - الزامات عمومی برای آزمون مهارت است.

اهداف این پژوهش عبارتند از:

- امکان‌سنجی برگزاری آزمون مقایسات بین‌آزمایشگاهی
- کنترل کیفیت خارج سازمانی آزمایشگاه
- بومی‌سازی علم و فناوری
- کاهش هزینه‌های آزمایشگاه در خرید مواد و مواد مرجع
- صرفه‌جویی در پرداخت‌های برون سازمانی
- استفاده از توانمندی کارشناسان شرکت آب و فاضلاب

۲- مواد و روش‌ها

۲-۱-طراحی و برنامه‌ریزی طرح آزمون مقایسات بین‌آزمایشگاهی

مرکز پایش و نظارت بر کنترل کیفیت آب و فاضلاب و آزمایشگاه مرجع شرکت آب و فاضلاب استان تهران، طبق نامه معاون راهبری و نظارت بر بهره‌برداری شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور، جهت اجرای دستورالعمل «چگونگی برگزاری و مشارکت در آزمون‌های کفایت تخصصی و مقایسات بین‌آزمایشگاهی در آزمون‌های آب و فاضلاب» به شماره OP105 و در راستای بومی‌سازی علم و فناوری و کاهش هزینه‌های آزمایشگاه در خرید مواد و مواد مرجع و صرفه‌جویی در پرداخت‌های برون سازمانی و همچنین استفاده از توانمندی کارکنان شرکت آب و فاضلاب، اولین دوره را در سال ۱۳۹۹ و دومین دوره مقایسات بین‌آزمایشگاهی را در سطح کشور در سال ۱۴۰۰ برگزار نمود. این تحقیق بر اساس برنامه‌ریزی سال ۱۴۰۰ تهیه شده است. بر این اساس، از آزمایشگاه‌های شرکت‌های آب و فاضلاب ایران دعوت شد تا در برنامه مقایسات، مشارکت نمایند. تعداد شرکت‌کنندگان در سال ۱۴۰۰ در هر بخش آزمون، در جدول ۱ آمده است. زمان توزیع نمونه و زمان انجام آزمون همزمان به کلیه شرکت‌کنندگان اعلام شد.

جدول ۱- تعداد شرکت‌کنندگان در هر آزمون با احتساب امور آزمایشگاه مرجع

نام آزمون		تعداد شرکت‌کنندگان
فیزیکوشیمیایی آب		۶۸
فیزیکوشیمیایی فاضلاب		۲۶
آلاینده‌های آلی	THM	۶
	TOC	۷
باکتریولوژی آب		۷۷
باکتریولوژی فاضلاب		۱۱
بیولوژی آب		۲۲
بیولوژی فاضلاب		۳

یادآوری۱: توزیع نمونه، اندازه‌گیری و تجزیه و تحلیل برای کلیه بخش‌های آزمون در دو نوع ماتریکس آب و فاضلاب انجام شد. در این مقاله، به عنوان نمونه، فقط به بررسی نتایج آزمون فیزیکوشیمیایی آب پرداخته شده است.

یادآوری ۲: مشارکت‌کنندگان، کارکنان آزمایشگاه‌های شرکت آب و فاضلاب کشور می‌باشند. لذا تمامی کارکنان حداقل دارای مدرک کارشناسی و تحصیلات دانشگاهی مرتبط با کار آزمایشگاه هستند. بیشتر کارکنان دارای مدرک کارشناسی در رابطه با آزمایشگاه شیمی، میکروبیولوژی و بهداشت محیط هستند.

۲-۲-اجرای طرح‌ها و دستورالعمل‌های انجام آزمون برای شرکت‌کنندگان

جهت هماهنگی و سازماندهی آزمون مقایسات بین‌آزمایشگاهی، تیمی متشکل از مدیر، رؤسای قسمت، رؤسای آزمایشگاه و کارشناسان دفتر کنترل کیفیت آب و بهداشت فاضلاب و امور آزمایشگاه مرجع شرکت آب و فاضلاب استان تهران تشکیل شده و برنامه‌ریزی جهت تهیه مستندات، نمونه‌برداری، تهیه نمونه، زمان و محل نمونه‌برداری با تشکیل جلسات در این تیم انجام و صورتجلسات آن تهیه گردید.

به کلیه شرکت‌کنندگان با نامه رسمی از شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور زمان و شرایط دریافت نمونه، الزامات حمل و نقل نمونه و نگهداری آن، اعلام گردید. کلیه شرکت‌کنندگان قطعی، در تاریخ مقرر، نمونه را در محل آزمایشگاه مرجع دریافت نمودند. دریافت نمونه‌ها از طریق نمایندگان شرکت‌کنندگان انجام شد. به همراه نمونه به هر شرکت‌کننده، نامه‌ای رسمی جهت معرفی محتویات ظروف به همراه کد اختصاصی تحویل داده شد . به منظور شفاف‌سازی و یکنواختی روش آزمون بین همه مشارکت‌کنندگان، راهنمای آزمون مقایسات بین آزمایشگاهی آب و راهنمای آزمون مقایسات بین‌آزمایشگاهی فاضلاب تهیه و با ایمیل به شرکت‌کنندگان تحویل گردید که در آن نحوه انجام آزمون و کلیه مراحل کار از دریافت، آماده‌سازی، روش انجام آزمون و نحوه ارسال نتایج تشریح گردید. همچنین، جهت ثبت نتایج آزمون، فرم ثبت نتایج آزمون برای نمایندگان ایمیل گردید. جهت ارتقا و بهبود در برگزاری آزمون مقایسات، فرم نظرسنجی برای کلیه شرکت‌کنندگان ارسال شد.

۲-۳-تهیه اقلام آزمون مقایسات بین‌آزمایشگاهی

برای هر آزمون، به صورت جداگانه ابتدا نمونه‌برداری، در ظروف ۲۰ لیتری از هدف نمونه‌برداری حقیقی (منابع طبیعی آب مانند آب چاه یا آب سطحی) انجام و نمونه‌ها به آزمایشگاه مرجع انتقال داده شد. فرایند نمونه‌برداری بر اساس سری استانداردهای بین المللیISO5667 ، مرجع روش‌های استاندارد برای آزمون‌های آب و فاضلاب (Standard Methods,23RD EDITION) و مجموعه دستورالعمل‌های داخلی امور آزمایشگاه مرجع انجام شد. جهت یکنواختی، همه نمونه‌های برداشت شده یک آزمون، به یک ظرف همزن بزرگ‌تر انتقال یافت. هم‌زمان با ایجاد یکنواختی، با استفاده از همزن برقی، توزیع نمونه فرعی در ظروف مورد نظر جهت آزمون انجام شد. توزیع نمونه‌های فرعی برای انجام آزمون فیزیکوشیمیایی آب در ظروف ۴ لیتری پلاستیکی انجام شد که نمونه‌ای از آن در شکل ۱ نشان داده شده است. تمامی ظروف مورد نظر فرعی از قبل برچسب‌گذاری شده بودند. از بین نمونه‌های فرعی آماده شده، در هر بخش آزمون، به صورت تصادفی ۶ نمونه جهت بررسی یکنواختی و یک نمونه جهت بررسی پایداری انتخاب

و به آزمایشگاه مرتبط با آن آزمون، انتقال و باقی نمونه‌ها، به صورت تصادفی به شرکت‌کنندگان تحویل داده شد. شرایط حمل نمونه مانند حمل در کول باکس و در کنار آیس پک و کنترل شرایط محیطی نمونه از قبل به دریافت‌کنندگان طبق نامه و دستورالعمل ابلاغ گردید.

تمامی آزمایشگاه‌های شرکت کننده ملزم شدند که حداکثر ۲۴ ساعت پس از دریافت نمونه، آزمایشات مرتبط را انجام دهند و در این مدت باید شرایط محیطی نمونه رعایت شود که طی دستورالعمل‌های تدوین شده، از قبل به اطلاع آزمایشگاه‌ها رسید. همچنین آزمون پایداری ۷۲ ساعت پس از آزمون اصلی برای کلیه آزمون های انجام شد و در صورت انحراف در محاسبات آماری لحاظ گردید. بنابراین، ضمن رعایت شرایط حمل و نقل، نیازی به تثبیت نمونه‌ها نیست.

شکل ۱- نمونه‌های فرعی آماده شده جهت انجام آزمون فیزیکوشیمیایی آب

۱-۳-۲- مشخصات اقلام آزمون مقایسات بین آزمایشگاهی و اندازه‌ده‌ها جهت آزمون فیزیکوشیمیایی آب

در این آزمون یک ظرف ۴ لیتری حاوی نمونه یکنواخت شده، جهت اندازه‌گیری اندازه‌ده‌های pH -هدایت الکتریکی- سختی کل- کلسیم- منیزیم- قلیائیت- سدیم- پتاسیم- فلوراید- کلراید- سولفات- نیترات به آزمایشگاه‌های شرکت‌کننده ارسال شد. از شرکت‌کنندگان خواسته شد، نتایج را در فرم ثبت نتایج(ارسال شده توسط امور آزمایشگاه مرجع) و با ۳ بار تکرار همراه با عدم قطعیت اندازه‌گیری، ثبت و به امور آزمایشگاه مرجع ارسال نمایند.

با توجه به اینکه در آزمون مقایسات بین‌آزمایشگاهی، شرکت‌کنندگان می‌توانند از هر روشی جهت اندازه‌گیری استفاده کنند، جهت مقایسه و بررسی عملکرد روش‌های آزمون، از شرکت‌کنندگان درخواست شد که در فرم پاسخنامه، همراه با ثبت نتایج، روش آزمون مربوطه هم قید گردد. ارزیابی نشان داد که اکثر شرکت‌کنندگان بر اساس مرجع روش‌های استاندارد برای آزمون‌های آب و فاضلاب (Standard Methods,23RD EDITION) اندازه‌گیری را انجام داده‌اند که لیست روش‌های آزمون معمول مورد استفاده در جدول ۲ نمایش داده شده است.

جدول ۲- روش‌های آزمون معمول جهت اندازه‌گیری اندازه‌ده‌های مورد نظر

اندازه‌ده	روش اندازه‌گیری
pH	4500- H^+ B. Electrometric Method
هدایت الکتریکی	2510 B. Laboratory Method
سختی کل	2340 C. EDTA Titrimetric Method
کلسیم	3500-Ca B. EDTA Titrimetric Method
منیزیم	3500-Mg B. Calculation Method
قلیائیت	2320 B. Titration Method
سدیم	3500-Na B. Flame Photometric Method
پتاسیم	3500-K B. Flame Photometric Method
فلوراید	4500-F^- D. SPADNS Method
کلراید	4500- Cl^- C. Mercuric Nitrate Method
سولفات	4500-$SO4^{2-}$ E. Turbidimetric Method
نیترات	4500-$NO3^-$ B. Ultraviolet Spectrophotometric Screeing Method

۴-۲- آزمون یکنواختی

آزمون یکنواختی برای تمامی اندازه‌ده‌ها انجام شد. نتایج با استفاده از استاندارد بین‌المللی ISO 13528 مورد تجزیه و تحلیل قرار گرفت. مطابق با الزامات استانداردهای مرجع، پرسنل مجرب، تجهیزات مناسب و سیستم اندازه‌گیری کنترل شده برای انجام آزمون یکنواختی در نظر گرفته شد. از بین موارد ارائه شده برای آزمون بین آزمایشگاهی، ۶ نمونه به صورت تصادفی برای آزمون یکنواختی انتخاب شدند. نتایج آزمون یکنواختی توسط تیم آنالیز بر اساس استانداردهای موجود مورد تجزیه و تحلیل قرار گرفت. تجزیه و تحلیل آماری انجام شده در آزمون یکنواختی به شرح زیر است:

نمونه‌های آزمایش شده به دو قسمت تقسیم و برای آزمایش‌های مختلف در شرایط تکرارپذیر مورد آزمایش قرار گرفتند. یکنواختی نمونه‌ها با استفاده از روش ANOVA یک طرفه برای مقایسه نوسانات درون‌نمونه و نوسانات بین‌نمونه بررسی شد. اگر بین این دو منبع نوسانات تفاوت معنی‌داری وجود نداشته باشد، می‌توان نتیجه گرفت که نمونه‌ها از یکنواختی مناسبی برخوردار هستند. قبل از انجام آزمون یکنواختی و به منظور ارزیابی اینکه

آیا نوسانات درون‌نمونه به طور کلی با یکدیگر مرتبط هستند یا خیر، آزمون کوچران برای مقایسه مجموعه داده‌هایی با بیشترین نوسان با سایر مجموعه داده‌ها انجام شد.

$$C = \frac{S_{max}^2}{\sum_{i=1}^{n} S_i} \qquad (۱)$$

آزمون کوچران با استفاده از معادله (۱) محاسبه می‌شود.

که C: عدد کوچران محاسبه شده می‌باشد. اگر C محاسبه شده بزرگتر از مقدار C بحرانی باشد، به عنوان داده پرت در نظر گرفته می‌شود و قبل از انجام آزمون یکنواختی، باید حذف شود. بعد از حذف داده پرت، آزمون یکنواختی با استفاده از روش ANOVA یک‌طرفه محاسبه و مورد بررسی قرار گرفت. بدین ترتیب که اگر F محاسبه شده کمتر از F کلیدی باشد، نمونه یکنواخت و در غیر این‌صورت نمونه از یکنواختی مناسبی برخوردار نیست.

۲-۵- آزمون پایداری

در این تحقیق، جهت انجام آزمون پایداری، یکی از نمونه‌های تحت آزمون انتخاب و به دو قسمت تقسیم شد. بخشی از این نمونه، در روز اول همزمان با انجام آزمون نمونه، اندازه‌های مورد نظر آن اندازه‌گیری شد و بر روی بخش دوم، بعد از ۴۸ تا ۷۲ ساعت(بسته به نوع اندازه‌ده)، اندازه‌گیری انجام گرفت. نتایج به دست آمده با استفاده از ANOVA یک‌طرفه جهت بررسی پایداری آنالیز شد. بررسی پایداری به این صورت است که اگر F به دست آمده از محاسبات ANOVA کمتر از F کلیدی باشد، نمونه پایدار و در غیر این‌صورت پایدار نیست.

۲-۶- مقدار تخصیص‌یافته

بر اساس استاندارد ISO13528 مقدار تخصیص‌یافته در تمام بخش‌ها بر اساس روش میانگین استوار آزمایشگاه‌های مشارکت‌کننده تعیین گردید. همچنین جهت اطمینان مقدار تخصیص‌یافته از طریق محاسبه میانگین میانگین‌ها (اجماع شرکت‌کنندگان) هم انجام و نتایج با همدیگر مقایسه شد.

۲-۶-۱- قابلیت ردیابی مقدار تخصیص‌یافته

مقادیر تخصیص‌یافته برای بیشتر اندازه‌ده‌ها از نتایج شرکت‌کنندگان در این برنامه به دست آمده است. این مقادیر از نظر اندازه‌شناسی به مراجع بالاتر قابل ردیابی نمی‌باشد. دلیل به کارگیری این رویکرد، این واقعیت است که فرایند نمونه‌برداری بر روی یک هدف نمونه‌برداری حقیقی انجام شده‌است که شبیه اهداف روتین شرکت‌کنندگان بوده و همچنین امکان تهیه اهدافی که بتوان مقدار تخصیص یافته را از سایر رویکردها استفاده نمود، وجود ندارد.

۲-۷- محرمانگی

جهت حفظ اطلاعات شرکت‌کنندگان و حفظ محرمانگی، برای هر شرکت‌کننده یک کد اختصاصی تعلق گرفت که این کد با نامه رسمی به شرکت‌کنندگان اعلام شد که در سراسر گزارش، هر آزمایشگاه با این کد قابل ردیابی است.

۲-۸- آنالیز داده‌ها و ارزیابی نتایج

سه روش کلی برای ارزیابی نتایج آزمون در مقایسات بین‌آزمایشگاهی وجود دارد(Szewczak et al., 2016).

• ارزیابی تفاوت بین هر نتیجه و مقدار درست(واقعی)

• مقایسه واریانس (یا عدم قطعیت) هر آزمایشگاه با واریانس (یا عدم قطعیت) پیش بینی شده، مورد نیاز یا شناخته شده،

• ارزیابی قابلیت مقایسه نتایج آزمایشگاهی.

در این تحقیق از روش سوم برای ارزیابی نتایج استفاده شده است. به دلیل اینکه، نیاز به داشتن آگاهی در مورد مقدار درست یا واریانس پیش‌بینی شده ندارد. روش‌های ساده ارزیابی نتایج مقایسات بین‌آزمایشگاهی در استاندارد ISO13528 اشاره شده است.

۲-۸-۱- آنالیز آماری نتایج آزمون مقایسات بین‌آزمایشگاهی

تجزیه و تحلیل نتایج آزمون ابتدا برای هر سطح به صورت جداگانه انجام می‌گیرد و موارد زیر محاسبه می‌شود:

- واریانس تکرارپذیری: s_r^2
- واریانس بین آزمایشگاهی: s_L^2
- واریانس تجدیدپذیری: $s_R^2 = s_r^2 + s_L^2$
- میانگین: $\bar{x}$
- استفاده سیستماتیک از آزمون‌های آماری برای تشخیص نقاط دور افتاده.

۲-۸-۱-۱- محاسبه و تجزیه و تحلیل شاخص h و k

نتایج آزمون دریافتی از هر آزمایشگاه در یک جدول مرتب شده است. هر ستون، شامل نتایج حاصل از کلیه آزمایشگاه‌ها بر روی یک ماده و هر سطر، شامل نتایج حاصل از یک آزمایشگاه بر روی مواد می‌باشد. بنابراین هر سلول شامل نتایج آزمون یک آزمایشگاه بر روی یک نمونه می‌باشد.

۲-۸-۱-۲-محاسبه میانگین

میانگین نتایج ارسال شده توسط هر آزمایشگاه توسط معادله (۲) محاسبه می‌گردد.

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^{n} x_i}{n} \qquad (۲)$$

که $\bar{x}$: مقدار میانگین نتایج هر آزمایشگاه، x_i : مقدار انحصاری نتایج آزمون ارسال شده و n: تعداد نتایج آزمون برای هر آزمایشگاه می‌باشد.

۲-۸-۱-۳-- محاسبه انحراف استاندارد

با توجه به معادله (۳)، انحراف استاندارد نتایج آزمون ارسال شده توسط هر آزمایشگاه محاسبه می‌گردد.

$$s = \sqrt{\sum_{1}^{n} \frac{(x - \bar{x})^2}{n-1}} \qquad (۳)$$

در این معادله،$\bar{x}$: مقدار میانگین نتایج هر آزمایشگاه، x: مقدار انحصاری نتایج آزمون ارسال شده و n: تعداد نتایج آزمون هر آزمایشگاه می‌باشد.

۴-۱-۸-۲-محاسبه میانگین میانگین نتایج

میانگین غلظت یک ماده از طریق معادله (۴) محاسبه می‌شود.

$$\bar{\bar{x}} = \frac{\sum_{1}^{P} \bar{x}}{P} \qquad (۴)$$

در این معادله، $\bar{\bar{x}}$: میانگین نتایج همه شرکت‌کنندگان آزمایشگاه‌ها (میانگین میانگین‌ها) ، $\bar{x}$: مقدار میانگین نتایج ارسال شده هر آزمایشگاه و p: تعداد آزمایشگاه‌ها می‌باشد.

۵-۱-۸-۲-محاسبه انحراف نتیجه هر آزمایشگاه

برای هر یک از آزمایشگاه‌ها، انحراف نتیجه هر آزمایشگاه با کسر میانگین هر نتیجه از میانگین میانگین نتایج همه آزمایشگاه با توجه به معادله (۵) محاسبه می‌گردد.

$$d = \bar{x} - \bar{\bar{x}} \qquad (۵)$$

که d: میزان انحراف را نشان می‌دهد.

۶-۱-۸-۲-محاسبه انحراف استاندارد میانگین

انحراف استاندارد میانگین با استفاده از معادله (۶) محاسبه می‌گردد.

$$S_{\bar{x}} = \sqrt{\sum_{1}^{p} \frac{d^2}{(p-1)}} \qquad (۶)$$

که $S_{\bar{x}}$: انحراف استاندارد میانگین، d: میزان انحراف و p: تعداد آزمایشگاه‌ها را نشان می‌دهد.

۷-۱-۸-۲-محاسبه انحراف استاندارد تکرارپذیری

انحراف استاندارد تکرارپذیری با توجه به معادله (۷) محاسبه می‌شود.

$$S_r = \sqrt{\sum_{1}^{p} \frac{s^2}{(p)}} \qquad (۷)$$

در این رابطه، S_r : انحراف استاندارد تکرارپذیری، S: انحراف استاندارد نتایج هر آزمایشگاه و p: تعداد آزمایشگاه‌ها را نشان می‌دهد.

۸-۱-۸-۲-محاسبه انحراف استاندارد تجدیدپذیری

انحراف استاندارد تجدیدپذیری با استفاده از معادله (۸) محاسبه می‌شود.

$$S_R = \sqrt{(S_{\bar{x}})^2 + \frac{(n-1)(S_r)^2}{n}} \qquad (۸)$$

که S_R : بیانگر انحراف استاندارد تجدیدپذیری، $S_{\bar{X}}$: انحراف استاندارد میانگین و n: تعداد نتایج آزمون در هر آزمایشگاه می‌باشد.

مقدار نهایی انحراف استاندارد بیشترین مقدار بین دو مقدار S_r و S_R خواهد بود (هر کدام بیشتر بود).

۹-۱-۸-۲-تکرارپذیری و تجدیدپذیری

با استفاده از نتایج آماری صحیح، برای هر ماده ۹۵ درصد حدود تکرارپذیری(r) و تجدیدپذیری(R) مطابق معادلات (۹) و (۱۰) محاسبه می‌گردد.

$$r = 2.8 s_r \qquad (۹)$$

$$R = 2.8 s_R \qquad (۱۰)$$

اغلب مقادیر S_r و S_R به ازای میانگین خواص هر سطح ($\bar{x}$) متغیر خواهند بود، بنابراین می‌بایست در روش آزمون، رویه تغییر موارد آماری بر اساس خواص سطوح در نظر گرفته شود.

۱۰-۱-۸-۲-شاخص آماری سازگاری بین آزمایشگاهی (h):

معادله (۱۱) شاخص آماری سازگاری بین آزمایشگاهی را نشان می‌دهد.

$$\boldsymbol{h = \frac{d}{S_{\bar{x}}}} \qquad (۱۱)$$

در این رابطه، h: سازگاری آماری بین‌آزمایشگاهی، d: انحراف (انحراف میانگین نتایج هر آزمایشگاه از میانگین کل نتایج همه شرکت‌کنندگان) و $S_{\bar{x}}$: انحراف استاندارد میانگین سلول‌ها را نشان می‌دهد.

۱۱-۱-۸-۲-شاخص آماری سازگاری درون‌آزمایشگاهی (k):

سازگاری آماری درون‌آزمایشگاهی(k) با توجه به معادله (۱۲) محاسبه می‌شود.

$$\boldsymbol{k = \frac{S}{S_r}} \qquad (۱۲)$$

مقدار کلیدی h، بر اساس تعداد آزمایشگاه‌های مشارکت‌کننده در برنامه مطالعات بین‌آزمایشگاهی (p)، تعیین می‌شود و مقدار کلیدی k، بر اساس تعداد آزمایشگاه‌های مشارکت‌کننده در برنامه مطالعات بین‌آزمایشگاه (p) و تعداد تکرار آزمون‌ها برای یک ماده (n)، تعیین می‌شود. در صورتی که مقدار شاخص h، مربوط به یک آزمایشگاه از مقدار بحرانی آن ($h_{critical}$) کوچکتر باشد، عملکرد آزمایشگاه از نظر درستی مناسب بوده و در صورتی

که مقدار شاخص h، از مقدار بحرانی($h_{critical}$) بزرگتر باشد، عملکرد آزمایشگاه از نظر درستی مناسب نمی‌باشد. در صورتی که مقدار شاخص k، مربوط به یک آزمایشگاه از مقدار بحرانی آن($k_{critical}$)کوچکتر باشد، عملکرد آزمایشگاه از نظر دقت مناسب بوده و در صورتی که مقدار شاخص k از مقدار بحرانی آن($k_{critical}$) بزرگتر باشد، عملکرد آزمایشگاه از نظر دقت مناسب نمی‌باشد.

۹-۲-نمره‌های z

محاسبه عملکرد شرکت‌کنندگان بر اساس استاندرد ISO 13528 با استفاده از معادله (۱۳) محاسبه می‌گردد.

$$z\ score = \frac{(x - X)}{s^*} \qquad (۱۳)$$

در این معادله، x: میانگین نتایج هر شرکت‌کننده، X: مقدار تخصیص یافته استوار یا مقدار مرجع تخصیص یافته برای ارزیابی عملکرد در مقیاس لگاریتمی و *s: انحراف استاندارد به دست آمده با استفاده از روش استوار در مقیاس لگاریتمی را نشان می‌دهد.

۱-۹-۲- تفسیر نمره‌های z

هنگامی که شرکت‌کننده نتیجه‌ای را گزارش نماید که نمره z بزرگتر از ۳ یا کمتر از ۳- باشد، نتیجه آزمون در محدوده اقدام قرار دارد و شرکت‌کنندگان باید به بررسی نقاط ضعف آزمایشگاه پرداخته و فرم اقدام اصلاحی برای آن تکمیل و علت ریشه‌ای آن بررسی نمایند. همچنین نمره بالای ۲ و کمتر از ۲- در محدوده هشدار قرار دارد و باید بررسی و تحلیل شوند.

نحوه رده‌بندی نمره‌های z-score به صورت زیر می‌باشد:

$|z\ or\ z'| \leq 2$, مطلوب, S

$-2 < |z\ or\ z'| < 2$, هشدار, W

$-3 < |z\ or\ z'| < 3$, اقدام, A

با توجه به معادله (۱۴)، اگر:

$$u < 0.3 \times s* \qquad (۱۴)$$

که u: عدم قطعیت مقدار تخصیص یافته و*s: انحراف استاندارد به دست آمده با استفاده از روش استوار در مقیاس لگاریتمی را نشان می‌دهد، در اینصورت به جای پارامتر z-score از $z' - score$ از طریق معادله (۱۵) استفاده می‌شود.

$$z' - score = \frac{(x - X)}{\sqrt{s*^2 + u^2}} \qquad (۱۵)$$

۱۰-۲- حذف داده‌های پرت

روش‌های مختلفی جهت حذف داده‌های پرت وجود دارد. در این تحقیق، از آزمون گرابز جهت حذف داده‌های پرت استفاده شد. این آزمون از طریق معادلات (۱۶)، (۱۷)، (۱۸)، (۱۹)، و (۲۰) انجام می‌شود (Urvoy et al., 2014).

جهت انجام آزمون گرابز، نتایج را از کوچک به بزرگ مرتب می‌کنیم. فرض صفر این است که داده‌ای که به آن مشکوک هستیم، دارای تفاوت فاحشی نسبت به سایر داده‌ها نمی‌باشد.

$$G_{lowest} = \frac{(\bar{X} - X_{min})}{S} \qquad (۱۶)$$

$$G_{highest} = \frac{(X_{max} - \bar{X})}{S} \qquad (۱۷)$$

در تست گرابز، اگر:

$$\left(G_{lowest}\ or\ G_{highest}\right) < G_{crit}, 0.05 \qquad (۱۸)$$

فرض صفر را می‌پذیریم یعنی آن داده پرت نیست.

$$G_{crit}, 0.01 < \left(G_{lowest}\ or\ G_{highest}\right) < G_{crit}, 0.05 \qquad (۱۹)$$

داده معلق محسوب می‌شود، انتخاب با آزمایشگاه است که داده را حذف نماید یا در محاسبات لحاظ کند.

$$\left(G_{lowest}\ or\ G_{highest}\right) > G_{cri}, 0.01 \qquad (۲۰)$$

داده پرت در نظر گرفته می‌شود.

نکته: در محاسبات این آزمون داده پرت فقط در محاسبه مقدار تخصیص یافته منظور نگردیده است، ولی سایر محاسبات مثل تعیین h و k و محاسبه z-score برای آن انجام شده است.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- آزمون یکنواختی

بررسی یکنواختی بر اساس الزامات (ISO 13528) و آزمون کوچران جهت بررسی یکنواختی واریانس در نتایج، برای کلیه اندازه‌دهای فیزیکوشیمیایی آب انجام و به عنوان نمونه، فقط نتیجه مربوط به آزمون هدایت الکتریکی در این مقاله گزارش شده است. همان‌طور که داده‌های جداول ۳ و۴ نشان می‌دهد، اندازه‌ده هدایت الکتریکی از یکنواختی مناسبی برخوردار است. نتایج نشان داد که سایر اندازه‌ده‌های فیزیکوشیمیایی آب هم از یکنواختی مناسبی برخوردار هستند.

پذیرفته شده / ویرایش نشده

جدول ۳- داده‌ها و نتایج حاصل از آزمون یکنواختی بر اساس الزامات استاندارد ISO 15328 برای هدایت الکتریکی

ردیف	نتیجه بخش ۱	نتیجه بخش ۲	میانگین	واریانس (s^2)
۱	۴۷۶/۸	۴۷۱/۲	۴۷۴	۱۵/۶۸
۲	۴۷۶/۳	۴۷۷/۱	۴۷۶/۷	۰/۳۲
۳	۴۷۷/۷	۴۸۱/۷	۴۷۹/۷	۸
۴	۴۷۷/۶	۴۸۱/۴	۴۷۹/۵	۷/۲۲
۵	۴۷۸/۳	۴۸۲/۱	۴۸۰/۲	۷/۲۲
۶	۴۷۹	۴۸۲	۴۸۰/۵	۴/۵
میانگین کل			۴۷۸/۴۳	
واریانس بین گروهی			۱۳/۱۲	
واریانس درون گروهی			۷/۱۶	
مقدار F			۱/۸۳	
مقدار F کلیدی			۴/۳۹	
یکنواختی تایید می شود؟			بله	

جدول ۴- نتایج آزمون Cochran بر روی داده‌های یکنواختی

تعداد	۶ جفت داده	۵ جفت داده
مجموع مربعات واریانس‌ها	۴۲/۹۴	----
مقدار C	۰/۳۶	----
مقدارC کلیدی	۰/۷۸۱	----
نتیجه آزمون	مورد تایید است	----

۲-۳- آزمون پایداری

با توجه به نتایج اندازه‌گیری‌های انجام شده در بخش فیزیکوشیمیایی آب تمامی اندازه‌ده‌ها به جز pH پایدار بودند. در مورد اندازه‌ده‌هایی که پایدار نبودند، تأثیر ناپایداری (Ss) در ارزیابی شرکت‌کنندگان در نظر گرفته شده است. نتایج آزمون پایداری در جدول ۵ نمایش داده شده است.

جدول ۵- نمایش نتایج آزمون پایداری فیزیکوشیمیایی آب

اندازه‌ده			هدایت الکتریکی	pH	کدورت	سختی کل	کلسیم	منیزیم	سدیم	پتاسیم	فلوراید	کلراید	قلیاییت	نیترات	سولفات
نمونه ها	۱	تکرار ۱	۴۷۷/۱	۷/۸۷	۱۷/۵۲	۱۹۶	۵۷/۶	۱۲/۵	۲۴/۲	۱/۶	۰/۱۹	۳۳	۱۴۴	۶/۲۸	۴۹/۱۵
		تکرار ۲	۴۸۱/۳	۷/۸۹	۱۷/۷۶	۲۰۰	۵۹/۲	۱۲/۵	۲۴/۵	۱/۶	۰/۱۸	۳۴	۱۴۴	۶/۹۳	۴۷/۳۳
		تکرار ۳	۴۸۲/۱	۷/۹۸	۱۵/۷۸	۱۹۸	۵۶	۱۳/۹	۲۴/۴	۱/۷	۰/۱۹	۳۴	۱۴۲	۶/۴۱	۴۹/۰۴
		تکرار ۴	۴۸۲/۵	۸	۱۷/۵۴	۱۹۴	۵۵/۲	۱۳/۴	۲۴	۱/۷	۰/۲۱	۳۴	۱۴۲	۶/۰۴	۵۳/۴
	۲	تکرار ۱	۴۷۹/۵	۷/۹۹	۱۷/۰۹	۲۰۰	۵۶/۸	۱۳/۹	۲۴	۱/۶	۰/۱۹	۳۴	۱۴۲	۶/۷۲	۵۰/۶۴
		تکرار ۲	۴۸۳/۵	۸/۰۳	۱۶/۴۱	۲۰۰	۵۶	۱۴/۴	۲۴/۲	۱/۶	۰/۱۹	۳۴	۱۴۴	۶/۹	۴۷/۲۳
		تکرار ۳	۴۸۲/۷	۸/۰۶	۱۷/۲۳	۱۹۶	۵۶/۸	۱۳	۲۴/۱	۱/۷	۰/۱۹	۳۴	۱۴۴	۶/۷۴	۴۷
		تکرار ۴	۴۸۳	۸/۱	۱۶/۲	۱۹۴	۵۶	۱۳	۲۴/۶	۱/۷	۰/۲۱	۳۳	۱۴۴	۷/۲۳	۵۰
مقدار F محاسبه شده			۰/۸۶	۷/۶۴	۰/۶۳	۰/۰۶	۰/۴۳	۰/۸۹	۰/۰۸	۰	۰/۱	۰	۰/۴۳	۴/۷۳	۰/۴
مقدار F کلیدی			۵/۹۸۷	۵/۹۸۷	۵/۹۸۷	۵/۹۸۷	۵/۹۸۷	۵/۹۸۷	۵/۹۸۷	۵/۹۸۷	۵/۹۸۷	۵/۹۸۷	۵/۹۸۷	۵/۹۸۷	۵/۹۸۷
آیا نمونه پایدار است؟			بله	خیر	بله	بله	بله	بله	بله	بله	بله	بله	بله	بله	بله

۳-۳- مقدار تخصیص‌یافته

مقدار تخصیص‌یافته و انحراف معیار آزمون مقایسه بین آزمایشگاهی برای هر اندازه‌گیری از طریق دو روش اجماع نتایج شرکت‌کنندگان و روش‌ها و نتایج آماری قوی در جدول ۶ نشان داده شده است. این جدول نتایج تجزیه و تحلیل مقایسه بین آزمایشگاهی انجام شده در همه شرکت‌کنندگان

را خلاصه می‌کند. همانطور که این جدول نشان می‌دهد، توافق خوبی بین دو روش محاسبه مقدار اختصاص داده شده از طریق اجماع شرکت‌کنندگان (روش h وk) و روش آماری استوار (به جز در چند معیار محدود) وجود دارد. با این حال، با توجه به نتایج نشان داده شده در دو روش، تصمیم گرفته شد، از روش آماری استوار برای ارزیابی صحت شرکت‌کننده و از روش k برای ارزیابی دقت بین آزمایشگاهی استفاده شود.

جدول۶- خلاصه نتایج حاصل از آزمون مقایسات بین آزمایشگاهی شرکت کنندگان در بخش فیزیکوشیمیایی آب

اندازه‌ده	هدایت الکتریکی	pH	کدورت	سختی کل	کلسیم	منیزیم	سدیم	پتاسیم	فلوراید	کلراید	قلیائیت	سولفات	نیترات
تعداد نتایج	۵۷	۵۶	۵۷	۵۷	۵۶	۵۴	۳۹	۳۷	۳۷	۵۰	۵۱	۵۵	۴۷
مقدار تخصیص یافته با استفاده از روش اجماع	۴۶۹/۰۱	۷/۹۸	۱۲/۸۶	۱۸۹/۲	۵۴/۳۳	۱۲/۸۳	۲۴/۲۲	۱/۸۲	۰/۲۶	۳۵/۰۳	۱۴۳/۹	۵/۵	۴۸/۸
انحراف استاندارد میانگین نتایج	۸/۹۸	۰/۲۴	۱/۷۹	۴/۴۴	۲/۲۵	۱/۵	۱/۱۷	۰/۱۷	۰/۰۷	۲/۰۳	۵/۲۹	۰/۵۲	۵/۴۵
مقدار تخصیص یافته با استفاده از روش استوار	۴۶۹/۵۸	۷/۹۹	۱۲/۵۶	۱۸۹/۳	۵۴/۴۷	۱۲/۷۸	۲۴/۱۹	۱/۷۹	۰/۲۶	۳۵/۱	۱۴۴	۵/۵۱	۴۸/۳۸
انحراف استاندارد استوار نتایج	۵/۹۲	۰/۱۷	۱/۴۲	۳/۶۵	۱/۹۵	۱/۴	۱/۱	۱/۱	۰/۷۷	۱/۹۵	۴/۲۳	۰/۴۹	۴/۲۱
عدم قطعیت مقدار تخصیص یافته استوار	۰/۹۸	۰/۰۳	۰/۲۴	۰/۶۳	۰/۳۳	۰/۲۵	۰/۲۳	۰/۰۳	۰/۰۱۶	۰/۳۷	۰/۷۶	۰/۰۸	۱/۷۸
تعداد داده‌های پرت	۰	۳	۱	۴	۱	۵	۴	۱	۰	۶	۳	۳	۱
تعداد نمره‌های h بزرگتر از h بحرانی	۱	۳	۱	۴	۲	۵	۴	۱	۰	۶	۴	۴	۱
تعداد نمره‌های k بزرگتر از k بحرانی	۱	۰	۲	۲	۲	۳	۱	۱	۱	۱	۱	۳	۲
تعداد نمره‌هایz-score بزرگتر از ۲	۱	۲	۶	۹	۴	۳	۲	۴	۱	۳	۳	۲	۴

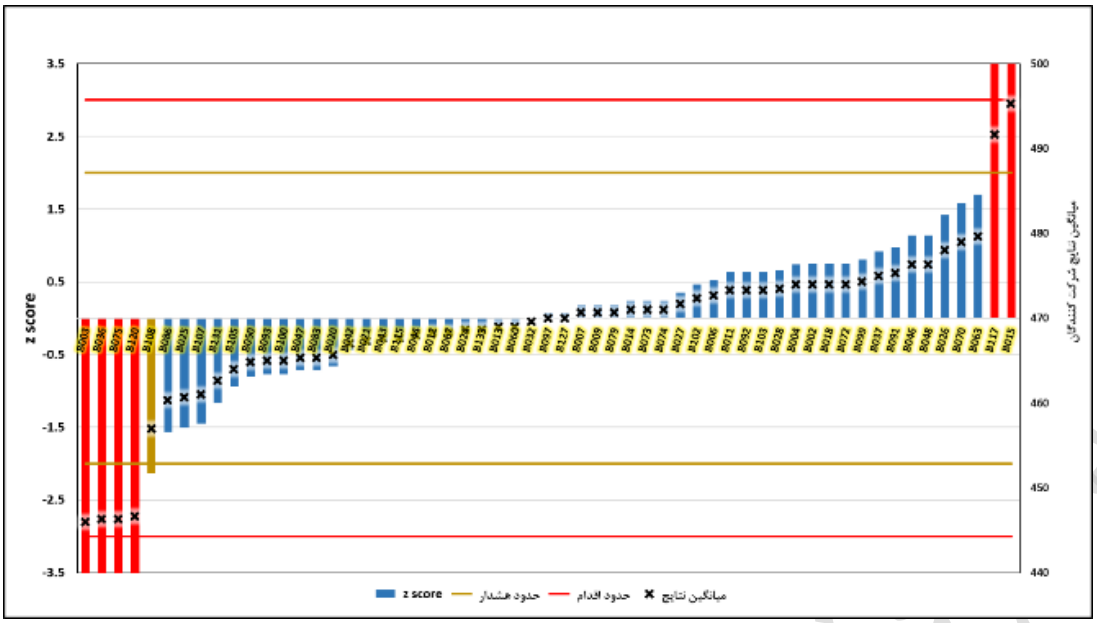
پذیرفته شده آزمایش شده

تعداد نمره‌های z-score بزرگتر از ۳	۶	۳	۲	۴	۲	۵	۴	۱	۰	۶	۵	۴	۳
روش تعیین انحراف استاندارد	**اجماع نتایج شرکت کنندگان**												

۴-۳- ارزیابی نتایج

۱-۴-۳- ارزیابی صحت نتایج شرکت‌کنندگان

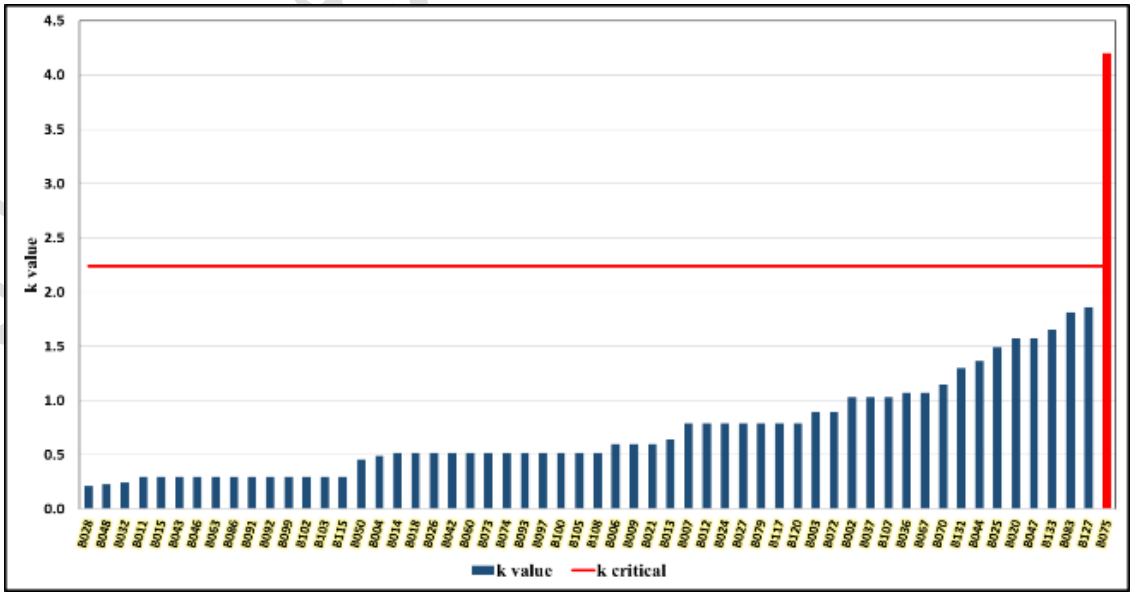
نتایج تحقیقات گذشته، نشان می‌دهد که برگزاری آزمون‌های مهارت برای نهادهای نظارتی که نیاز به ارزیابی عملکرد شرکت‌کنندگان تحت پوشش مقررات دارند، مفید است. نتایج این آزمون، می‌تواند برای نشان دادن شایستگی استفاده شود. بدین ترتیب، شرکت‌کنندگان می‌توانند شایستگی خود را به سایر طرف‌های ذینفع، مانند مشتریان یا در یک قرارداد فرعی نشان دهند(Durgut, 2021). در این تحقیق به نقش آزمون‌های مقایسات بین‌آزمایشگاهی در اطمینان از کیفیت اندازه‌گیری‌های انجام‌شده در آزمایشگاه‌ها، سازماندهی آزمون‌ها ، تجزیه و تحلیل و گزارش نتایج آن‌ها پرداخته شده است. بدین ترتیب، از نمودار کنترل شوهارت که روش مؤثری برای نمایش مقادیر بزرگی نمره‌های عملکرد می‌باشد، برای نمایش گرافیکی صحت استفاده شده است(Biswas et al., 2016). مقادیر z-score به عنوان شاخص صحت و در نهایت مقایسه عملکرد مشارکت‌کنندگان در این آزمون است. این نمودارهای کنترل صحت نتایج مشارکت‌کنندگان در آزمون مقایسات بین آزمایشگاهی در بخش‌های فیزیکوشیمیایی آب را نشان می‌دهد. به عنوان نمونه، شکل ۲ نمودار بررسی صحت نتایج برای اندازه‌ده هدایت الکتریکی را نشان می‌دهد. در این نمودار، مقادیر z-score بالاتر از ۲ برای شرکت‌کنندگان با رنگ زرد نشان داده شده است و بیانگر علامت هشدار برای آزمایشگاه مورد نظر جهت بررسی شرایط و تجهیزات مورد استفاده در آزمون می‌باشد. این علامت، نشان می‌دهد که شرکت‌کنندگان باید درستی روش‌ها را با استفاده از مواد مرجع و مشارکت در آزمون مهارت به منظور بررسی اثربخشی اقدامات اتخاذ شده مورد بررسی قرار دهند. خط قرمز در نمودار نشان دهنده مقادیرz-score بالاتر از ۳ بوده و علامت عمل برای آزمایشگاه مورد نظر جهت اقدامات لازم به منظور تأمین صحت اندازه‌گیری است. بنابراین می‌بایست شرکت‌کننده فرایندهای خود را تا زمانی که علل ریشه‌ای مشکل شناسایی شوند، متوقف نماید و اقدامات مناسبی را برای اصلاح کار نامنطبق و از بین بردن علل عدم انطباق اتخاذ نماید.



شکل ۲- مقدار z-score برای هدایت الکتریکی

۲-۴-۳- نمایش دقت نتایج مشارکت‌کنندگان

برای ارزیابی دقت درون آزمایشگاهی شرکت‌کنندگان از مقادیر k استفاده شده‌است. نمودارها بیانگر نمایش گرافیکی نتایج می‌باشند. در این نمودارها خط قرمز رنگ مقدار k کلیدی را برای هر اندازه‌ده نشان می‌دهد. به عنوان نمونه، مقادیر k برای اندازه‌ده هدایت الکتریکی در شکل ۳ نمایش داده شده است. در نمودار نمایش داده‌ها بر اساس k، نتایج قرمز نشان‌دهنده مقادیر بالاتر از حد کلیدی بوده و بنابراین شرکت‌کننده مورد نظر از دقت درون‌آزمایشگاهی کافی برخوردار نبوده است.



شکل۳- مقدار k برای هدایت الکتریکی

محاسبه مقدار تخصیص‌یافته و ارزیابی عملکرد بر اساس استانداردهای بین المللی ISO 13528 ممکن است به عنوان رویکرد مفیدی برای مقایسه بین‌آزمایشگاهی در آزمایشگاه‌های آب اتخاذ شود. هنگام اعمال این استاندارد، مقدار تخصیص داده شده با مقادیر اجماع محاسبه شده از نتایج شرکت‌کنندگان با استفاده از تجزیه و تحلیل قوی و نتایج با استفاده از عامل z-score به عنوان اندازه‌ده صحت ارزیابی می‌شود. برای ارزیابی دقت آزمایشگاهی از مقادیر k استفاده شد. آزمایشگاه‌هایی با مقادیر k بیشتر از مقادیر بحرانی و با امتیاز z بالاتر از ۳ به عنوان آزمایشگاه‌هایی با عملکرد ضعیف طبقه‌بندی شدند و نیاز به اقدامات اصلاحی و پیشگیرانه و بررسی و رفع ریشه مشکلات و ناسازگاری‌های شناسایی شده دارند. مقادیر با امتیاز z بین ۲ و ۳ نشان می‌دهد که نشان‌دهنده یک علامت هشدار برای آزمایشگاه برای بررسی شرایط و تجهیزات مورد استفاده در آزمایش است. به طور کلی، ارزیابی نتایج نشان داد که ۳ درصد از شرکت‌کنندگان در آزمون هدایت الکتریکی، ۲ درصد در آزمون کلسیم، ۲۸ درصد در آزمون فلوراید، ۱۰ درصد در آزمون کلراید در وضعیت نامطلوب قرار دارند. همچنین ۱۰ درصد شرکت‌کنندگان در آزمون هدایت الکتریکی، ۲ درصد در آزمون سختی کل، ۲ درصد در آزمون کلسیم، ۸ درصد در آزمون سدیم، ۸ درصد در آزمون پتاسیم، ۴ درصد در آزمون فلوراید، ۸ درصد در آزمایش کلرید، ۶ درصد در آزمایش سولفات و ۲ درصد در آزمون نیترات نتایج مشکوکی دارند.

دریافت یک علامت هشدار در یک دوره آزمون مهارت و دو علامت هشدار در دوره‌های متوالی آزمون مهارت به معنی عملکرد نامطلوب آزمایشگاه و ایجاد عدم انطباق با استاندارد در روش آزمون مورد نظر بوده و نیازمند انجام اقدامات اصلاحی و پیش‌گیرانه به منظور بررسی و رفع ریشه‌ای مشکلات عدم انطباق‌های شناسایی شده می‌باشد. بنابراین آزمایشگاه‌های شرکت‌کننده می‌بایست در بخش‌های مختلف نتایج خود را بررسی نموده و از این طریق اقدامات لازم برای بررسی علل و رفع مشکلات خود را انجام دهند.

۴- نتیجه‌گیری

آزمایشگاه مرجع شرکت آب و فاضلاب استان تهران طی دو دوره، در سال‌های ۱۳۹۹ و ۱۴۰۰ موفق به برگزاری آزمون مقایسات بین‌آزمایشگاهی در سطح کشور شد. اجرای دو دوره مقایسات بین‌آزمایشگاهی نشان داد که آزمایشگاه‌های تخصصی، توانمندی اجرای این برنامه و تجزیه و تحلیل نتایج را دارند. در این راستا بررسی عملکرد نتایج ارسال شده از شرکت‌کنندگان آزمون مقایسات بین‌آزمایشگاهی، تحلیل از عملکرد و ارزیابی نتایج بر اساس محاسبات آماری انجام و گزارش آن برای کلیه شرکت‌کنندگان ارسال گردید.

برگزاری آزمون مقایسات در سطح کشور، علاوه بر کنترل خارج‌سازمانی آزمایشگاه‌ها، با توجه به رایگان بودن برگزاری آن، طبق برآورد انجام شده، نزدیک به ۱۰ میلیارد ریال صرفه جویی اقتصادی برای شرکت‌های آب و فاضلاب و وزارت نیرو به همراه داشته است. زیرا آزمایشگاه‌هایی که در آزمون مهارت برگزارکنندگان خصوصی مشارکت می‌نمایند، ملزم به خریداری نمونه‌های آزمون مهارت هستند که با توجه به دامنه کاری آزمایشگاه و تعداد آن، می‌تواند مبالغ قابل توجهی از هزینه‌های نگهداری و کنترل کیفیت آزمایشگاه را به خود اختصاص دهد. می‌توان پایش بلندمدت فعالیت‌های کنترل کیفیت آزمایشگاه را با استفاده از نمودارهای کنترلی انجام داد تا وقوع هر نوع روندی در سیستم اندازه‌گیری بررسی شود. شرکت مداوم و مستمر در آزمون‌های مهارت و مقایسات بین‌آزمایشگاهی می‌تواند کمک مؤثری در بهبود کیفیت سیستم آزمایشگاه‌ها داشته باشد.

۵- مراجع

Akredite, k., (2021), Erişim adresi: https://www.turkak.org.tr.

Biswas, R. k., Masud, M. S., and Kabir, E., (2016), " Shewhart Control Chart for Individual Measurement: An Application in a Weaving Mil", *Australasian Journal of Business, Social Science and Information Technology*, 2, 89-100.

Durgut, y., (2021) "Inter-laboratory Comparisons and Their Roles in Accreditation", *European Journal of Science and Technology*, 28, 402-406, https://doi.org /10.31590/ejosat.1001957

Henrik, H. S., (2003), "Determining Consensus Values in Interlaboratory Comparisons and Proficiency Testing", *NCSL International Workshop and Symposium*.

IAEA Analytical Quality in Nuclear Applications, (2009), "Proficiency Test of Ukrainian Laboratories Determination of Gamma Emitting Radionuclides", *IAEA/AQ/006, IAEA VIENNA*, 1.

ISO/IEC 17025., (2017), "General requirements for the competence of testing and calibration laboratories", *International Organization for Standardization/International Electrotechnical Commission, Geneva*.

ISO /IEC 17043., (2010), "Conformity assessment—general requirements for proficiency testing", *International Organization for Standardization/International Electrotechnical Commission, Geneva.*

ISO 13528., (2015), "Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons", *International Organization for Standardization, Geneva*.

Proficiency testing from Fera Science Ltd., Sand Hutton, York. YO41 1LZ. UK, http:// www.fera.co.uk/privacy-policy

Proficiency testing Australia., ptaenquiry@pta.asn.au.

Softić, A., Zaimović-Uzunović, N., and Basić, H., (2012), "proficiency testing and interlaboratory comparisions in laboratory for dimensional measurement", *Journal of Trends in the Development of Machinery and Associated Technology*, 16(1), 115-118.

Szewczak, E., and Bondarzewski, A., (2016), "Is the assessment of interlaboratory comparison results for a small number of tests and limited number of participants reliable and rational? " *Accred Qual Assur*, 21, 91–100, https://doi.org/10.1007/s00769-016-1195-y.

Urvoy, M., and Autrusseau, F., (2014), "Application of Grubbs' Test for Outliers to the Detection of Watermarks", *Conference Paper*, https://doi.org/ 10.1145/2600918.2600931.

UKAS., (2019), "UKAS policy for participation in measurement audits and interlaboratory comparisons ", *Edition 4*.

Voiculescu, R.M., Olteanu, M. C., and Nistor, V.M., (2013), "Design and Operation of an InterLaboratory Comparsion cheme", *Nuclear Journal.*

پذیرفته شده / ویرایش نشده