การตรวจสอบความเที่ยง และความถูกต้องของการวัดโดยห้องปฏิบัติการเดียว

อุมาพร สุขม่วง
จันทรัตน์ วรสรรพวิทย์

ความเที่ยง (precision) และความถูกต้อง (trueness) ของการวัด เป็นสมบัติที่สำคัญที่แสดงประสิทธิภาพของการวัด ใช้ในการประเมินความเหมาะสม และความสอดคล้องกับวัตถุประสงค์การใช้งาน ห้องปฏิบัติการสามารถดำเนินการทดสอบเพื่อตรวจสอบความเที่ยงและความถูกต้องของการวัดได้หลายวิธี ได้แก่ ทดสอบวัสดุอ้างอิงรับรอง (certified reference materials, CRMs) ทดสอบตัวอย่างที่เติมสารมาตรฐานอ้างอิง เปรียบเทียบผลการวัดกับผลการวัดโดยวิธีมาตรฐาน และเปรียบเทียบผลการวัดกับห้องปฏิบัติการอื่น ทั้งนี้ ไม่ว่าจะใช้วิธีทดสอบใดห้องปฏิบัติการต้องมั่นใจว่าสามารถแสดงความสอบกลับได้ของการวัด และประมาณค่าความไม่แน่นอนของการวัดได้อย่างเหมาะสม

การตรวจสอบความเที่ยงและความถูกต้องของการวัดที่ดำเนินการโดยห้องปฏิบัติการเดียว โดยการทดสอบวัสดุอ้างอิงรับรอง เป็นวิธีที่เหมาะสมที่สุด เนื่องจากสามารถแสดงความสอบกลับได้ของการวัดและประมาณค่าความไม่แน่นอนของการวัดได้โดยไม่ยุ่งยาก โดยทำการวัดวัสดุอ้างอิงรับรองในสภาวะการวัดซ้ำ (repeatability condition) คำนวณค่าเฉลี่ยและค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน แล้วประเมินความเที่ยงโดยเปรียบเทียบค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานที่วัดได้ กับค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานที่กำหนด (required value of standard deviation) ประเมินความถูกต้องโดยการเปรียบเทียบค่าความเอนเอียง (bias) กับความเที่ยงของกระบวนการวัด โดยที่ความเอนเอียงคำนวณจากผลต่างของค่าเฉลี่ยของผลการวัดกับค่ารับรอง (certified value) ของวัสดุอ้างอิงรับรอง

การประเมินความเที่ยง (assessment of precision)

ความเที่ยงของการวัดสามารถประเมินได้โดยการเปรียบเทียบส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานภายในห้องปฏิบัติการภายใต้สภาวะการวัดซ้ำกับค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานภายในห้องปฏิบัติการที่กำหนด (σ_{wo}) คำนวณค่าเฉลี่ย ($\bar{x}$) และส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (s_w) ดังสมการ

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

$$s_w = \left[\sum_{i=1}^{n} \frac{(x_i - \bar{x})^2}{n - 1} \right]^{1/2} \qquad (2)$$

เมื่อ x_i คือ ค่าสังเกต

n คือ จำนวนของค่าสังเกตไม่รวมค่าที่เป็น outlier

การตรวจสอบความเที่ยงใช้สถิติทดสอบไคสแควร์ (χ_c^2) ดังนี้

$$\chi_c^2 = \left(\frac{S_w}{\sigma_{wo}} \right)^2 \qquad (3)$$

คำนวณค่าวิกฤต (χ^2_{table}) ซึ่งเป็นปริมาณที่ 1-α ของการแจกแจงไคสแควร์ ที่ระดับนัยสำคัญ α มีองศาแห่งความเป็นอิสระ (ν) เท่ากับ n-1 หารด้วยองศาแห่งความเป็นอิสระ ดังสมการ

$$\chi^2_{table} = \frac{\chi^2_{(1-\alpha,\nu)}}{\nu}$$

สรุปผล

$\chi_c^2 \le \chi^2_{table}$: ไม่มีหลักฐานที่แสดงว่าการวัดไม่มีความเที่ยงตามที่กำหนด

$\chi_c^2 \ge \chi^2_{table}$: มีหลักฐานที่แสดงว่าการวัดไม่มีความเที่ยงตามที่กำหนด

การประเมินความถูกต้อง (assessment of trueness)

ความถูกต้องของการวัดสามารถตรวจสอบโดยการเปรียบเทียบค่าเฉลี่ยกับค่ารับรอง (μ) โดยมี 2 ปัจจัยที่ทำให้เกิดความแตกต่างระหว่างค่ารับรองกับผลการวัดได้แก่

1) ค่าความไม่แน่นอนของวัสดุอ้างอิงรับรอง

2) ค่าความไม่แน่นอนของผลการวัดซึ่งประเมินออกมาในรูปของส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (σ_D)

สำหรับวัสดุอ้างอิงรับรองที่เตรียมสอดคล้องตาม ISO Guide 35 ค่าความไม่แน่นอนของค่ารับรองควรมีค่าน้อยมากๆ เมื่อเปรียบเทียบกับค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานที่เกิดจากกระบวนการวัด โดยทั่วไปใช้ค่า σ_D กำหนดเกณฑ์การยอมรับ ดังนี้

$$-a_2 - 2\sigma_D \leq \bar{x} - \mu \leq a_1 + 2\sigma_D \qquad (4)$$

เมื่อ a_1 และ a_2 เป็นค่าปรับแก้ที่กำหนดขึ้นจากประสบการณ์ที่ได้จากการทดลอง หรือจากเงื่อนไขอื่นๆ เช่น ด้านเศรษฐกิจ หรือข้อจำกัดทางเทคนิค เป็นต้น

ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานจากการวัด เกิดจากการวัดวัตถุเดียวกันซ้ำหลายครั้ง ได้ผลการวัดไม่เท่ากัน การแกว่งที่เกิดขึ้นทำให้เกิดความคลาดเคลื่อนเชิงสุ่มในทุกๆ กระบวนการวัด ทั้งนี้เนื่องจากหลายปัจจัยอาจมีอิทธิพลกับผลลัพธ์ของการวัดซึ่งไม่สามารถควบคุมได้ ดังนั้นการแกว่งอย่างสุ่มของผลการวัดควรนำมาคำนวณในการประเมินความถูกต้องของการวัด สำหรับในกรณีนี้การแกว่งอย่างสุ่มสามารถแบ่งเป็น 2 ส่วน คือ

1) การแกว่งที่เกิดขึ้นภายในห้องปฏิบัติการหรือในช่วงเวลาสั้นๆ มีค่าเฉลี่ยเป็น 0 และค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานเท่ากับ σ_w ซึ่งคำนวณเช่นเดียวกันกับ S_w ในสมการที่ 2

2) การแกว่งที่เกิดขึ้นระหว่างห้องปฏิบัติการมีค่าเฉลี่ยเป็น 0 และค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานเท่ากับ σ_{Lm} การแกว่งนี้มีสาเหตุจากปัจจัยเดียวหรือหลายปัจจัยรวมกัน เช่น ผู้ปฏิบัติงาน เครื่องมือ ห้องปฏิบัติการ เวลา เป็นต้น ในกรณีที่ประเมินผลการวัดโดยห้องปฏิบัติการเดียว σ_{Lm} ไม่สามารถหาได้โดยตรง จึงอาจใช้ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานอื่นแทน เช่น ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานภายใต้ภาวะของการวัดซ้ำที่มีการเปลี่ยนแปลงปัจจัยต่างๆ ภายในห้องปฏิบัติการเดียว (intermediate precision, σ_I) หรือใช้ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานที่ได้จากใบรับรองของวัสดุอ้างอิงรับรอง หรือจากแหล่งอื่น เช่น มาตรฐานระหว่างประเทศ (σ_L)

$$\sigma^2_D = \sigma^2_{Lm} + \frac{S^2_w}{n} \qquad (5)$$

โดยที่ n คือจำนวนของการวัดซ้ำสำหรับการประเมินกระบวนการวัดโดยห้องปฏิบัติการเดียว

สำหรับกระบวนการวัดที่มีการวัดซ้ำมากๆ ($n > 10$) σ_W มีค่าเล็กเมื่อเปรียบเทียบกับค่า σ_{Lm} ดังนั้น σ_D ในสมการที่ 5 สามารถแทนค่าด้วย σ_{Lm} หรือ σ_L สมการที่ 4 จึงเขียนได้ดังนี้

$$-a_2 - 2\sigma_{Lm} \leq \bar{x} - \mu \leq a_1 + 2\sigma_{Lm} \qquad (6)$$

ตัวอย่างการประเมินความเที่ยงและความถูกต้องโดยห้องปฏิบัติการเดียว

ตัวอย่างนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อตรวจสอบวิธีวิเคราะห์ A ว่ามีความเที่ยงและความถูกต้องเหมาะสมหรือไม่ โดยใช้วัสดุอ้างอิงรับรองแร่เหล็ก ที่มีค่ารับรอง (μ) = 60.73%Fe มีค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานที่ได้จากใบรับรองของวัสดุอ้างอิงรับรอง (σ_L) = 0.20%Fe โดยกำหนดค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานภายในห้องปฏิบัติการ (σ_{wo}) = 0.09%Fe และกำหนดให้ $a_2 = a_1 = 0$

วิเคราะห์วัสดุอ้างอิงรับรองด้วยวิธีวิเคราะห์ A จำนวน 11 ครั้ง นำผลการวัดค่า %Fe มาเรียงจากน้อยไปหามาก ได้ดังนี้

%Fe	60.7	60.8	60.8	60.9	60.9	60.9	61.0	61.0	61.1	61.2	61.9

ทดสอบ outlier โดยใช้ Grubbs test ของ $x_{(11)}$ เพื่อตรวจสอบข้อมูลที่แตกต่างจากข้อมูลอื่นในชุดเดียวกัน มีขั้นตอนดังนี้

1) สมมติฐานทดสอบ

H_0 : 61.9 มาจากประชากรเดียวกัน

H_1 : 61.9 มาจากประชากรอื่น

2) สถิติทดสอบ

$$G_{(11)} = \frac{X_{(11)} - \bar{x}}{S_w} = \frac{61.9 - 61.018}{0.325} = 2.713$$

3) หาค่าวิกฤต โดยเปิดตาราง ที่ n = 11 ที่ระดับความเสี่ยง 5% ค่าวิกฤตเท่ากับ 2.234 และที่ระดับความเสี่ยง 1% ค่าวิกฤตเท่ากับ 2.485

4) สรุปผลการทดสอบ $G_{(11)} = 2.713 > 2.485$ $x_{(11)}$ เป็น outlier และควรตัดทิ้ง จากนั้นนำค่าที่เหลือมาคำนวณค่าสถิติอื่นๆต่อไป โดยใช้ n = 10

ตรวจสอบความเที่ยงของการวัด

คำนวณค่าสถิติ ได้แก่ ค่าเฉลี่ย ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน ดังนี้

$$\bar{x} = \sum_{i=1}^{n} \frac{x_i}{n} = 60.930\%Fe$$

$$S_w = \left[\sum_{i=1}^{n} \frac{(x_i - \bar{x})^2}{n-1} \right]^{1/2} = 0.149\%Fe$$

n = 10

ทดสอบความเที่ยงโดยมีขั้นตอนดังนี้

1) สมมติฐานทดสอบ

H_0 : กระบวนการวัดมีความเที่ยงตามที่กำหนด

H_1 : กระบวนการวัดไม่มีความเที่ยงตามที่กำหนด

2) สถิติทดสอบ

$$\chi_c^2 = \left(\frac{S_w}{\sigma_{wo}} \right)^2 = \left(\frac{0.149}{0.090} \right)^2 = 2.76$$

เมื่อ σ_{wo} คือ ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานภายในห้องปฏิบัติการที่กำหนด

3) คำนวณค่าวิกฤต

$$\chi^2_{table} = \frac{\chi^2_{(1-\alpha,\nu)}}{\nu} = \frac{\chi^2_{0.95,\,9}}{9} = 1.88$$

4) สรุปผลการทดสอบ เนื่องจาก $\chi_c^2 > \chi^2_{table}$ ดังนั้นมีหลักฐานที่แสดงว่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานภายในห้องปฏิบัติการของวิธีทดสอบ A ไม่ดีตามที่ต้องการ อาจต้องมีการหาสาเหตุทางเคมีและพัฒนาวิธีให้ดีขึ้น หรืออาจกล่าวได้ว่ากระบวนการวัดไม่มีความเที่ยงตามที่กำหนด

ห้องปฏิบัติการจำเป็นต้องปรับปรุงวิธีทดสอบตามความเหมาะสม หลังจากปรับปรุงวิธีแล้ว ทำการวิเคราะห์จำนวน 10 ครั้ง ได้ผลการวิเคราะห์เรียงจากน้อยไปหามาก ดังนี้

%Fe	60.94	60.99	61.04	61.06	61.06	61.09	61.10	61.14	61.21	61.24

ทำการทดสอบ outlier โดยใช้ Grubbs test และสรุปว่าข้อมูลชุดนี้ไม่มี outlier จึงทำการตรวจสอบความเที่ยงอีกครั้ง โดยเริ่มจากการคำนวณค่าสถิติ และทดสอบสมมติฐานตามลำดับ ดังนี้

$$\bar{x} = \sum_{i=1}^{n} \frac{x_i}{n} = 61.087\%Fe$$

$$S_w = \left[\sum_{i=1}^{n} \frac{(x_i - \bar{x})^2}{n-1} \right]^{1/2} = 0.092\%Fe$$

n = 10

สถิติทดสอบ

$$\chi_c^2 = \left(\frac{S_w}{\sigma_{wo}} \right)^2 = \left(\frac{0.092}{0.090} \right)^2 = 1.04 < \chi^2_{table} = 1.88$$

สรุป ไม่มีหลักฐานที่แสดงว่าการวัดไม่มีความเที่ยงตามที่กำหนด หรืออาจกล่าวได้ว่าการวัดมีความเที่ยง จึงทำการตรวจสอบความถูกต้องของการวัดต่อไป

ตรวจสอบความถูกต้องของการวัด

คำนวณค่าความเอนเอียง แล้วนำมาเปรียบเทียบกับส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานภายในห้องปฏิบัติการ ดังนี้

$$|\bar{x} - \mu| = 61.09 - 60.73 = 0.36\%Fe$$

$$2\sigma_L = 0.40\%Fe$$

$$|\bar{x} - \mu| < 2\sigma_L$$

สรุป ไม่มีหลักฐานที่แสดงว่าการวัดมีความเอนเอียง หรือกล่าวได้ว่าวิธีทดสอบ A มีความถูกต้อง

การตรวจสอบความเที่ยงและความถูกต้องของกระบวนการวัดโดยห้องปฏิบัติการเดียว ในกรณีที่มีวัสดุอ้างอิงรับรองที่สอบกลับได้ถึงมาตรฐานสากล ห้องปฏิบัติการสามารถประเมินความเที่ยงโดยการเปรียบเทียบส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานภายในห้องปฏิบัติการภายใต้สภาวะการวัดซ้ำกับค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานภายในห้องปฏิบัติการที่กำหนด ประเมินความถูกต้องโดยการวัดวัสดุอ้างอิงรับรองเพื่อหาค่าความเอนเอียง เปรียบเทียบค่าความเอนเอียง กับ ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานภายใต้ภาวะของการวัดซ้ำที่มีการเปลี่ยนแปลงปัจจัยต่างๆ ภายในห้องปฏิบัติการเดียว หรือใช้ข้อมูลส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานที่มาจากแหล่งอื่น เช่น จากวัสดุอ้างอิงรับรองและวิธีมาตรฐาน ในกรณีที่ไม่มีวัสดุอ้างอิงรับรอง การประเมินความเที่ยงและความถูกต้อง มีความยุ่งยากมากขึ้นเนื่องจากต้องใช้วิธีอื่น เช่น เปรียบเทียบผลการวัดกับผลการวัดจากห้องปฏิบัติการที่มีคุณภาพสูงกว่า หรือเข้าร่วมโครงการทดสอบความชำนาญ ซึ่งไม่สามารถดำเนินการได้โดยห้องปฏิบัติการเดียว จึงเห็นได้ว่าวัสดุอ้างอิงรับรองมีความสำคัญและจำเป็นมากในการดำเนินงานประกันคุณภาพห้องปฏิบัติการตามมาตรฐานสากล

เอกสารอ้างอิง

International Organization for Standardization. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results - Part 6 : use in practice of accuracy values. **ISO 5725-6,** 1994.

_____. Uses of certified reference materials. **ISO Guide 33 : 2000 (E).**