

Η ΔΙΑΚΡΙΒΩΣΗ ΤΟΥ ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΥ

3.1 Η διακρίβωση εξοπλισμού και η μετρολογική ιχνηλασιμότητα

Η **διακρίβωση** (calibration) και η **ιχνηλασιμότητα** (traceability) είναι δύο συναφείς έννοιες που σχετίζονται με την ακρίβεια των μετρήσεων των οργάνων μέτρησης.

Η διακρίβωση είναι η διαδικασία ρύθμισης ή προσαρμογής ενός οργάνου μέτρησης ως προς ένα πρότυπο ώστε οι μετρήσεις του να αντανakλούν την πραγματική τιμή του μετρούμενου μεγέθους. Ο ακριβής ορισμός της διακρίβωσης είναι: «η συνάφεια των αποτελεσμάτων με ένα πρότυπο βασισμένο στο σύστημα SI».

Η ιχνηλασιμότητα αναφέρεται στη σύνδεση των μετρήσεων ενός οργάνου ή συσκευής με διεθνή ή εθνικά πρότυπα μέτρησης, διασφαλίζοντας έτσι ότι οι μετρήσεις του είναι αξιόπιστες και συγκρίσιμες με τις μετρήσεις άλλων οργάνων που έχουν διακριβωθεί με το ίδιο πρότυπο. Ο ακριβής ορισμός της είναι «η συσχέτιση μιας μέτρησης με ένα σταθερό πρότυπο εθνικό ή διεθνές μέσω μιας αδιάσπαστης αλυσίδας μετρήσεων με συγκεκριμένες αβεβαιότητες».

Διακριβώνονται μόνο όργανα μέτρησης (**Πίνακας 3.1**) που οι μετρήσεις τους χρησιμοποιούν μονάδες μέτρησης SI ή ισοδύναμες. Τέτοια μεγέθη είναι ο χρόνος, η θερμοκρασία, η μάζα, το μήκος, η ποσότητα μιας ουσίας, το ηλεκτρικό ρεύμα και η φωτεινότητα (**Πίνακας 1.3**).

Πίνακας 3.1 | Συνηθισμένα όργανα που διακριβώνονται στα κλινικά εργαστήρια.

Όργανο	Μέγεθος που διακριβώνεται	Πρότυπο
Θερμόμετρα	Θερμοκρασία	Πρότυπο θερμόμετρο
Ζυγοί	Μάζα	Πρότυπα σταθμά
Φυγόκεντροι	Στροφές (μήκος/χρόνος)	Πρότυπο ταχύμετρο
Χρονόμετρα	Χρόνος	Ώρα Ελλάδος
Πιπέττες κ.ά.	Όγκος	Ονομαστική τιμή όγκου

Οι διακριβώσεις γίνονται σε εργαστήρια διακριβώσεων διαπιστευμένα με το ΕΛΟΤ EN ISO/IEC 17025:2017. Μπορούν όμως να γίνουν και στο Ελληνικό Ινστιτούτο Μετρολογίας (ΕΙΜ). Με το ISO 17025 διαπιστεύονται τόσο εργαστήρια δοκιμών (εκτός των ιατρικών εργαστηρίων) όσο και εργαστήρια διακριβώσεων. Αντιθέτως με το ISO 15189 διαπιστεύονται μόνο εργαστήρια κλινικών δοκιμών. Η διακρίβωση γίνεται με βάση κάποιο πρότυπο, διεθνές ή εσωτερικό του εργαστηρίου διακρίβωσης. Παράδειγμα είναι τα διεθνή πρότυπα για τη διακρίβωση των μετρητικών οργάνων όγκου (ISO 8655_1 έως 7). Ο τρόπος διαχείρισης των θεμάτων διακρίβωσης στα εργαστήρια ρυθμίζεται με τις δύο κατευθυντήριες οδηγίες του ΕΣΥΔ: α) ΕΣΥΔ ΚΟ2-ΚΡΙΤΕ/02/00/03-02-2023 (κατευθυντήρια οδηγία για τη διαπίστευση εργαστηρίων - ιχνηλασιμότητα μετρήσεων) και β) ΕΣΥΔ ΚΟ1-ΚΡΙΤΕ/02/00/14-03-2023 (κατευθυντήρια οδηγία για την εφαρμογή των κριτηρίων διαπίστευσης εργαστηρίων - συστήματα μέτρησης και διακρίβωσης).

Εάν το εργαστήριο έχει την κατάλληλη υποδομή μπορεί να κάνει μόνο του τη διακρίβωση των οργάνων του. Η διαδικασία αυτή ονομάζεται **εσωτερική διακρίβωση**. Στην εσωτερική διακρίβωση το εργαστήριο εφαρμόζει το αντίστοιχο πρότυπο και κάνει όλες τις σχετικές μετρήσεις χωρίς όμως να είναι σε θέση να τηρήσει τις αυστηρές περιβαλλοντικές συνθήκες που απαιτούνται. Τα εργαστήρια δοκιμών δεν μπορούν να διαπιστευτούν για διακριβώσεις οργάνων και δεν μπορούν να εκδώσουν πιστοποιητικό διακρίβωσης.

Τα πειράματα διακρίβωσης καταλήγουν σε μία έκθεση αποτελεσμάτων διακρίβωσης η οποία περιέχει:

- Την ταυτότητα του εργαστηρίου διακριβώσεων που έκανε τη διακρίβωση.
- Την περιγραφή του οργάνου που διακριβώθηκε.
- Το πρότυπο, διεθνές ή/και εσωτερικό, που χρησιμοποιήθηκε.
- Τις περιβαλλοντικές συνθήκες στις οποίες έγιναν οι μετρήσεις και οι οποίες πρέπει να είναι σύμφωνες με τις απαιτήσεις του προτύπου.
- Τις τιμές των μετρήσεων.
- Τον υπολογισμό του α) τυχαίου σφάλματος, β) συστηματικού σφάλματος και γ) της αβεβαιότητας των μετρήσεων.
- Τον σχολιασμό για την αποδοχή ή όχι των αποτελεσμάτων της διακρίβωσης (εφόσον υπάρχουν διεθνή όρια αποδοχής).

Το εργαστήριο έχει και την εναλλακτική δυνατότητα να διενεργήσει **«εσωτερικό έλεγχο λειτουργίας»**. Ο εσωτερικός έλεγχος λειτουργίας γίνεται μέσα στο εργαστήριο με το υπάρχον προσωπικό και εξοπλισμό του. Το εργαστήριο κάνει διαδοχικές ταυτόχρονες μετρήσεις στο διακριβωμένο και στο ελεγχόμενο όργανο και υπολογίζονται οι διαφορές τους. Εάν η μέση διαφορά τους είναι εντός των ορίων αποδοχής του εργαστηρίου ο έλεγχος θεωρείται επιτυχής.

Ο τρόπος διακρίβωσης κάθε οργάνου διαφέρει π.χ. οι ζυγοί διακριβώνονται αποκλειστικά πάνω στον εργαστηριακό πάγκο όπου χρησιμοποιούνται. Άλλα

όργανα μπορούν να μεταφερθούν στο εργαστήριο διακρίβωσης (π.χ πιπέττες, θερμόμετρα) και άλλα διακριβώνονται υποχρεωτικά μέσα στο εργαστήριο επειδή είναι δύσκολη η μεταφορά τους (π.χ. φυγόκεντροι). Η συχνότητα διακρίβωσης ή εσωτερικού ελέγχου λειτουργίας εξαρτάται από το όργανο και τη χρήση του. Συνήθως γίνεται κάθε χρόνο. Στο αρχείο του οργάνου θα πρέπει να αναγράφεται η συχνότητα διακρίβωσης ή εσωτερικού ελέγχου λειτουργίας καθώς και τα αποδεκτά όρια απόκλισης από τις τιμές του προτύπου. Τα αποδεκτά όρια απόκλισης μπορούν να βασίζονται: α) στο αντίστοιχο πρότυπο ISO με το οποίο γίνεται η διακρίβωση, β) στα όρια αποδοχής των αποκλίσεων που προτείνονται από τον κατασκευαστή, γ) στη βιβλιογραφία, δ) στις απαιτήσεις του εργαστηρίου.

Να σημειωθεί ότι οι αναλυτές δεν διακριβώνονται από το εργαστήριο. Η βαθμονόμηση τους με τα πρότυπα αναφοράς (βαθμονομητές) των εξετάσεων καλύπτει τις απαιτήσεις της μετρολογικής ιχνηλασιμότητας τους.

3.2 Οι κατανομές συχνοτήτων στα πειράματα διακρίβωσης

Στα πειράματα διακρίβωσης γίνονται διαδοχικές μετρήσεις υπό αυστηρά καθορισμένες περιβαλλοντικές συνθήκες (π.χ. θερμοκρασία, υγρασία, ατμοσφαιρική πίεση). Από τις μετρήσεις αυτές υπολογίζονται βασικά στατιστικά μεγέθη όπως είναι η μέση τιμή (μ), η τυπική απόκλιση (σ) και ο συντελεστής μεταβλητότητας ($CV = 100 \times \mu/\sigma$). Ο τρόπος υπολογισμού της μέσης τιμής και της τυπικής απόκλισης διαφέρει ανάλογα με την κατανομή συχνοτήτων των διαδοχικών μετρήσεων των πειραμάτων διακρίβωσης.

Η **κατανομή συχνοτήτων** είναι ένας πίνακας (**Πίνακας 3.2**) ή διάγραμμα (**Διάγραμμα 3.1**) περιέχει τιμές μετρήσεων και τη συχνότητα εμφάνισης τους. Σε ένα τυπικό διάγραμμα κατανομής συχνοτήτων (**Διαγράμματα 3.1-3.7**) στον οριζόντιο άξονα τοποθετούνται οι τιμές και στον κάθετο άξονα η συχνότητα εμφάνισης τους. Το εμβαδό της κατανομής συχνοτήτων αντιστοιχεί στο θεωρητικό σύνολο των μετρήσεων του πειράματος διακρίβωσης. Επειδή το εμβαδό εκφράζει το σύνολο της μεταβλητότητας των μετρήσεων το χαρακτηρίζουμε ως την «**αβεβαιότητα**» της μέτρησης.

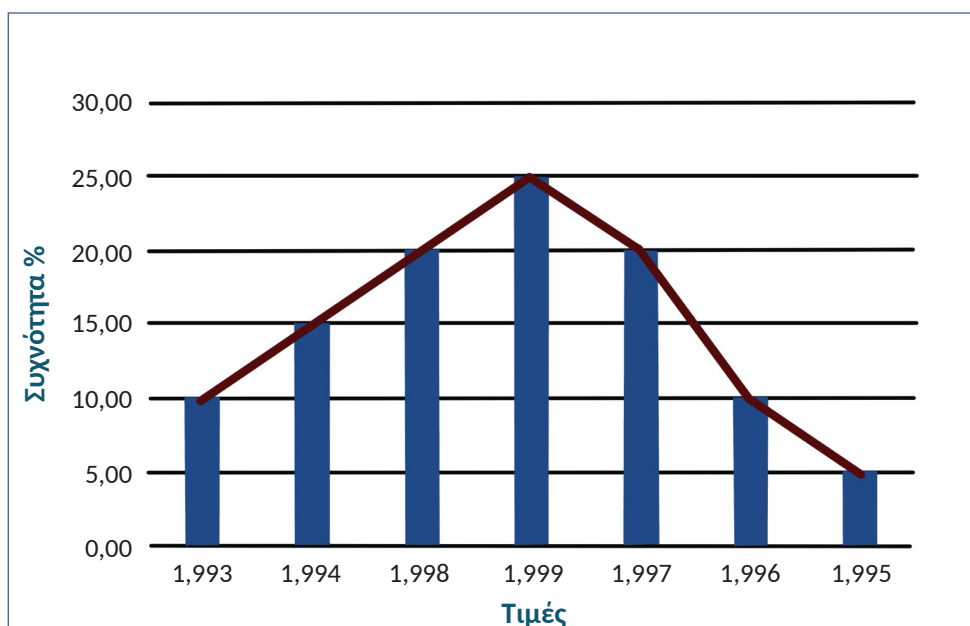
Παράδειγμα 3.1

Έστω ότι μετά από διαδοχικές μετρήσεις ενός αντικειμένου βάρους 2 gr σε ένα ζυγό πήραμε τις ακόλουθες τιμές (**Πίνακας 3.2**).

Πίνακας 3.2 Υποθετικές τιμές (mg) διαδοχικών ζυγίσεων ενός αντικειμένου βάρους 2 g.									
1,998	1,999	1,994	1,999	1,999	1,997	1,999	1,998	1,996	1,999
1,993	1,995	1,998	1,997	1,997	1,996	1,994	1,998	1,993	1,994

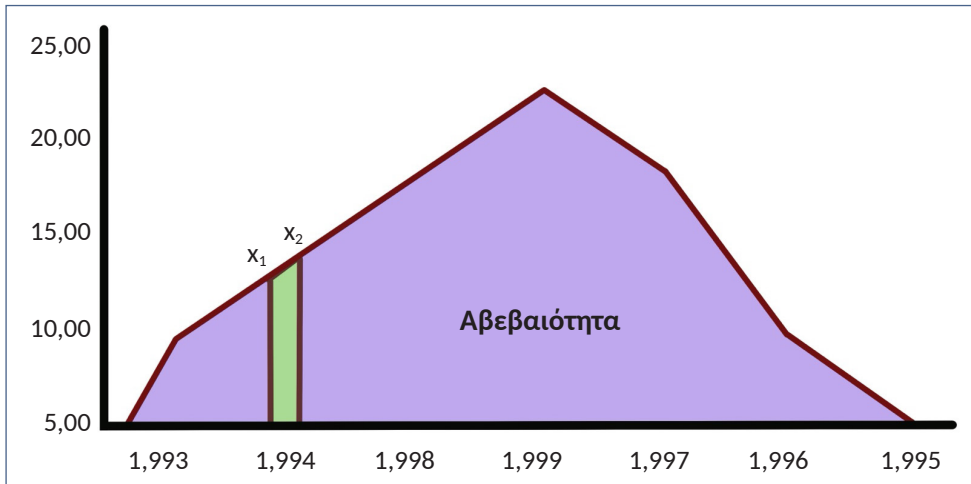
Υπολογίζοντας τη συχνότητα εμφάνισης κάθε τιμής κατασκευάζεται αρχικά πίνακας κατανομής συχνοτήτων (**Πίνακας 3.3**) και από αυτόν διάγραμμα κατανομής συχνοτήτων (**Εικόνα 3.1**). Η τιμή που έχει την μεγαλύτερη συχνότητα (στο παράδειγμα μας η τιμή 5) θεωρείται η επικρατούσα τιμή της κατανομής.

Πίνακας 3.3 Πίνακας κατανομής συχνοτήτων και σχετικών συχνοτήτων.		
Τιμή (x_i)	Συχνότητα (f)	Σχετική συχνότητα (f%)
1,993	2	10
1,994	3	15
1,998	4	20
1,999	5	25
1,997	4	15
1,996	2	10
1,995	2	5
Σύνολα	22	100



Εικόνα 3.1. Διάγραμμα κατανομής συχνοτήτων που προσεγγίζει την κανονική κατανομή.

Το εμβαδό της κατανομής περιέχει το σύνολο των υποθετικών τιμών που προέρχονται από την κατανομή του δείγματος των 22 τιμών του παραδείγματος μας. Το εμβαδό αντιστοιχεί στην αβεβαιότητα των μετρήσεων (**Εικόνα 3.2**).



Εικόνα 3.2. Το εμβαδό της κατανομής είναι το υποθετικό σύνολο των τιμών της και ισούται με την αβεβαιότητα, δηλαδή με τη συνολική διακύμανση των τιμών.

Η πιθανότητα μιας τιμής να βρίσκεται μεταξύ των τιμών x_1 και x_2 υπολογίζεται με τη συνάρτηση πυκνότητας πιθανότητας (Probability Distribution Function ή PDF) (εξίσωση 3.1).

$$p = \int_{x_1}^{x_2} f(x) dx \quad \text{εξίσωση 3.1}$$

Η συνάρτηση $f(x)$ ονομάζεται συνάρτηση κατανομής. Ο τρόπος υπολογισμού των $f(x)$, μ και σ διαφέρουν ανάλογα με το είδος της κατανομής. Π.χ. στην κανονική κατανομή η συνάρτηση κατανομής έχει την παρακάτω μορφή:

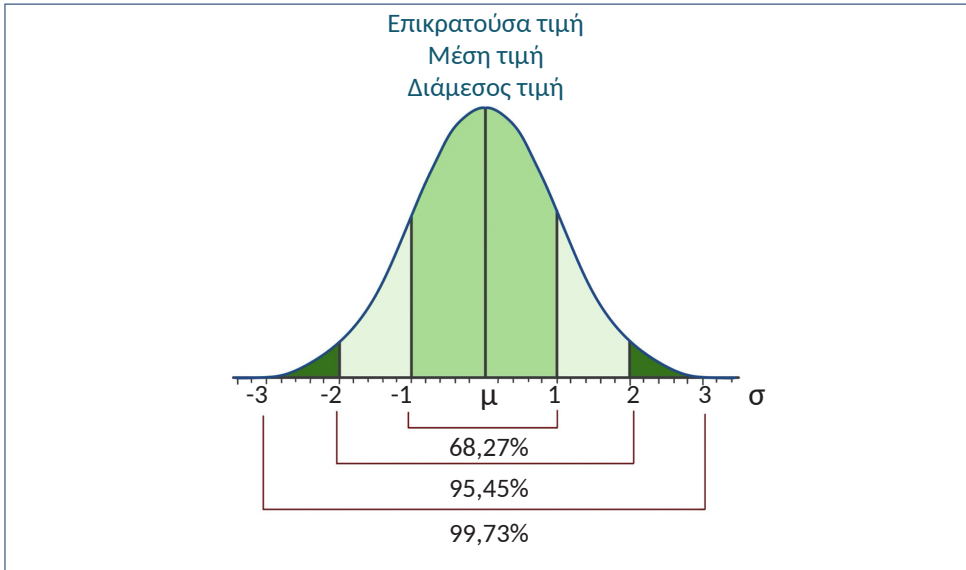
$$f(x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi\sigma^2}} e^{-\frac{(x-\mu)^2}{2\sigma^2}} \quad \text{εξίσωση 3.2}$$

Στις επόμενες ενότητες θα παρουσιαστούν βασικές κατανομές που χρησιμοποιούνται σε διακριβώσεις.

3.2.1 Η κανονική κατανομή

Οι επαναλαμβανόμενες μετρήσεις του ίδιου δείγματος στους αυτόματους αναλυτές ακολουθούν την κανονική κατανομή. Η κανονική κατανομή (**Εικόνα 3.3**) έχει τη μορφή μιας ομοιόμορφης κωδωνοειδούς καμπύλης της οποίας η συνολική επιφάνεια μπορεί να χωριστεί σε ομοιόμορφα τμήματα εκατέρωθεν της επικρατούσας τιμής. Ονομάζεται και κατανομή Gauss από το όνομα του φυσικού

Maxwell Gauss που την επινόησε. Η επικρατούσα τιμή της κανονικής κατανομής ισούται με τη μέση τιμή και τη διάμεσο τιμή. Η κανονική κατανομή μπορεί να χωριστεί σε ομοιόμορφα τμήματα με βάση τη μέση τιμή και την τυπική της απόκλιση. Τα δύο ασυμπτωματικά της άκρα ισούνται με ± 3 τυπικές αποκλίσεις.



Εικόνα 3.3. Τα ομοιόμορφα τμήματα της κανονικής κατανομής εκατέρωθεν της μέσης τιμής.

Η μέση τιμή (μ), η διακύμανση (Var) και η τυπική απόκλιση (σ) της κανονικής κατανομής υπολογίζονται από τις παρακάτω εξισώσεις.

$$\mu = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad \text{εξίσωση 3.3}$$

$$\text{Var} = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \mu)^2}{N-1} \quad \text{εξίσωση 3.4}$$

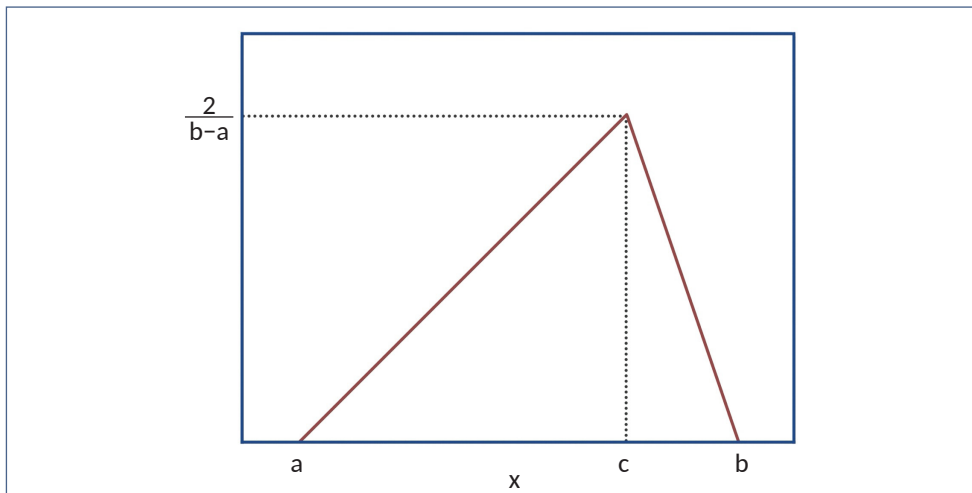
Η διακύμανση ισούται με το τετράγωνο της τυπικής απόκλισης ($\text{Var} = \sigma^2$), οπότε ισχύει:

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \mu)^2}{N-1}} \quad \text{εξίσωση 3.5}$$

Η κανονική κατανομή αφορά μεγάλο αριθμό μετρήσεων (>30). Όταν οι μετρήσεις μας είναι λιγότερες από 30 η κατανομή τους είναι η t . Η κατανομή t έχει παρόμοια μορφή με την κανονική αλλά με διαφορετική συνάρτηση κατανομής. Η μέση τιμή και η διακύμανση υπολογίζονται όμως με τις ίδιες εξισώσεις. Εξαιτίας αυτού όλες τις επαναλαμβανόμενες μετρήσεις αυτόματων αναλυτών τις θεωρούμε κανονική κατανομή.

3.2.2 Η τριγωνική κατανομή

Η τριγωνική κατανομή πήρε το όνομα της από το σχήμα της (Εικόνα 3.4).



Εικόνα 3.4. Η τριγωνική κατανομή.

Η μέση τιμή (μ) και η διακύμανση (Var) και η τυπική απόκλιση (σ) της τριγωνικής κατανομής υπολογίζονται από τις παρακάτω εξισώσεις.

$$\mu = \frac{a + b + c}{3} \quad \text{εξίσωση 3.6}$$

$$\text{Var} = \frac{a^2 + b^2 + c^2 - ab - ac - bc}{18} \quad \text{εξίσωση 3.7}$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{a^2 + b^2 + c^2 - ab - ac - bc}{18}} \quad \text{εξίσωση 3.8}$$