

بررسی تضمین کیفیت نتایج از طریق تهیه نمونه کنترل کیفیت حاوی کائوچو متفاوت

مهناز ناصریان خلیل‌آباد^{۱*} و مسعود کیوان^۲

۱- کارشناس واحد کنترل فرایند ساخت، شرکت کویر تایر

۲- مدیر واحد کنترل فرایند ساخت، شرکت کویر تایر

mahnaz.naserian@mail.um.ac.ir

چکیده: تضمین کیفیت در آزمایشگاه‌ها، به‌ویژه در صنعت حساس تایرسازی، ضرورتی بنیادی است که موجب اطمینان از صحت، دقت و قابلیت اطمینان نتایج آزمون‌ها می‌شود. استاندارد بین‌المللی ISO/IEC 17025 الزامات جامع و مشخصی برای سیستم‌های تضمین کیفیت آزمایشگاه‌ها مطرح می‌کند که از دو بخش اصلی «تضمین کیفیت داخلی» و «تضمین کیفیت خارجی» تشکیل می‌شود. در این مقاله به نقش مواد مرجع، نمونه‌های کنترل کیفیت (QCS)، آزمون‌های آماری و ابزارهای تحلیلی مانند MiniTab در بهبود فرایند تضمین کیفیت پرداخته شد. در این مطالعه، دو کامپاند لاستیکی شامل نمونه A (حاوی کائوچوی مصنوعی) و نمونه B (حاوی کائوچوی طبیعی) به‌منظور ارزیابی پایداری رئولوژیکی و کنترل کیفیت موردبررسی قرار گرفتند. آزمون‌های رئومتری با استفاده از دستگاه ODR2000 و براساس استاندارد ASTM D2084 انجام و داده‌ها مطابق الزامات ISO/IEC 17025 تحلیل شدند. آزمون آماری F-Test نشان داد که کامپاند A از یکنواختی و پایداری آماری مطلوبی برخوردار است، درحالی‌که کامپاند B در چرخه‌های انتهایی آزمایش نوسانات معناداری بروز داد. نتایج حاصل بر اهمیت پایش منظم و ارزیابی آماری در افزایش قابلیت اعتماد داده‌های آزمایشگاهی تأکید دارد.

واژه‌های کلیدی: تضمین کیفیت، نمونه کنترل کیفیت، ISO/IEC 17025، اعتبارسنجی آزمایشگاه، دقت نتایج

مقدمه

می‌دهد. این نمونه‌ها که به‌دلیل مشکلات تأمین مواد مرجع معتبر و زمان‌بر بودن ارزیابی‌های خارجی موردتوجه ویژه قرار گرفته‌اند، امکان کنترل مستمر کیفیت را در محیط آزمایشگاه فراهم می‌کنند، هم‌چنین افزون‌بر فراهم کردن ثبات و یکنواختی در آزمون‌ها، مشخصه‌هایی مانند پایداری، یکنواختی و ردیابی کامل را داشته و نقش مهمی در حفظ استانداردهای آزمایشگاه ایفا می‌کنند. در این مقاله، افزون‌بر تشریح اهمیت ISO/IEC 17025، به جزئیات فرایند تهیه QCS، ویژگی‌های کلیدی آن و کاربرد آزمون‌های آماری مانند F-Test برای ارزیابی داده‌ها و تضمین کیفیت آزمایشگاه پرداخته می‌شود. انواع نمونه‌های کنترلی که در آزمایشگاه‌ها مورداستفاده قرار می‌گیرند معمولاً شامل:

- مواد مرجع گواهی‌شده (CRM بافت)
- مواد مرجع و مواد کنترلی درون‌سازمانی
- محلول‌های استاندارد است.

باتوجه به محدودیت‌های عملی بیان‌شده در بالا، اغلب آزمایشگاه‌ها ترجیح می‌دهند برای کنترل مستمر و بهبود کیفیت، از نمونه‌های کنترل کیفیت داخلی و QCS استفاده کنند، که فرایند تولید و کاربرد آن‌ها ساده‌تر و قابل تکرار است. نمونه‌های کنترل کیفیت (QCS) باید از ویژگی‌های خاصی برخوردار باشند ازجمله:

- پایدار و همگن باشد
- دارای خواص فیزیکی یا شیمیایی مشابه با نمونه‌هایی که معمولاً توسط سیستم اندازه‌گیری آنالیز می‌شوند، باشد.
- با نمونه‌های استاندارد که جهت کالیبراسیون دستگاه استفاده می‌شود، تفاوت داشته باشد.
- مقدار نمونه (حجم، تعداد، وزن) زیاد باشد.

در این مطالعه برای اعتبارسنجی نتایج آزمایشگاه، آزمون آماری F-Test با بهره‌گیری از نرم‌افزار MiniTab به‌کار گرفته شده است. نرم‌افزار MiniTab یک ابزار آماری جامع است که امکان اجرای مجموعه وسیعی از محاسبات آماری و رسم نمودارهای مرتبط را فراهم می‌کند. این برنامه به‌عنوان یکی از قدرتمندترین

امروزه نتایج به‌دست‌آمده از آزمون‌ها و کالیبراسیون‌هایی که در آزمایشگاه‌های مختلف انجام می‌شود، اهمیت ویژه‌ای در تعاملات تجاری داخلی و بین‌المللی دارد. برای اطمینان از صحت و قابل اعتماد بودن این داده‌ها، مفهوم تأیید صلاحیت آزمایشگاه‌ها مطرح شده است. در این راستا، سازمان جهانی استاندارد به‌همراه کمیته بین‌المللی الکتروتکنیک در سال ۱۹۹۹، استاندارد بین‌المللی ISO/IEC 17025 را با عنوان «الزامات اساسی برای احراز صلاحیت آزمایشگاه‌های تست و کالیبراسیون» منتشر کردند. این استاندارد بر موضوعاتی مانند «تضمین کیفیت نتایج» و «مقایسه‌های بین آزمایشگاهی» تأکید دارد و استفاده از روش‌های آماری را برای اثبات دقت و صحت اندازه‌گیری‌ها توصیه می‌کند. مطابق با این استاندارد، آزمایشگاه‌ها باید روش‌های کنترل کیفیت مناسبی را به‌منظور پایش و تضمین اعتبار آزمون‌ها و کالیبراسیون‌های خود به‌صورت مستمر به‌کارگیرند تا کیفیت عملکرد و نتایج خود را حفظ کنند (۱ تا ۷).

در این زمینه، لازم است تفاوت و ارتباط میان دو مفهوم کالیبراسیون تجهیزات و تهیه نمونه کنترلی (QCS) که هر دو در استاندارد ISO/IEC 17025 جایگاه ویژه‌ای دارند، موردبررسی قرار گیرد. کالیبراسیون بیشتر مربوط به اعتبارسنجی و تنظیم تجهیزات و ابزارهای اندازه‌گیری است، درحالی‌که نمونه کنترل کیفیت به‌منظور پایش مداوم کیفیت و صحت نتایج آزمایش‌های انجام‌شده استفاده می‌شود. هر دو بخش جزو الزامات اساسی استاندارد ISO/IEC 17025 هستند که به‌همراه یکدیگر تضمین‌کننده دقت، صحت و قابل اعتماد بودن نتایج آزمایشگاهی به‌حساب می‌آیند. این استاندارد الزامات مدیریتی و فنی آزمایشگاه‌ها را تعیین می‌کند تا اثربخشی سیستم‌های کنترل کیفیت داخلی و خارجی را تضمین کند. تضمین کیفیت داخلی شامل فعالیت‌هایی چون استفاده از مواد مرجع معتبر و نمونه‌های کنترل کیفیت (QCS) برای پایش یکنواختی و صحت فرایندهای آزمایشگاهی است، درحالی‌که تضمین کیفیت خارجی متکی بر مقایسه عملکرد آزمایشگاه با دیگر مراکز معتبر از طریق آزمون مهارت و مقایسات بین آزمایشگاهی است. باوجود اهمیت بالای مواد مرجع، محدودیت‌هایی ازجمله دشواری در دسترسی و هزینه بالا وجود دارد که آزمایشگاه‌ها را به استفاده منظم از نمونه‌های QCS سوق

۲- فرایند تصمیم‌گیری (قبول یا رد نتایج):

ارزیابی فرضیه‌های H_0 و H_1 با آزمون F-Test انجام می‌شود و باتوجه به مقدار P-Value می‌توان در خصوص پذیرش یا رد فرضیه‌های مذکور اظهار نظر کرد. مقدار P-Value احتمال مشاهده داده‌های جمع‌آوری شده (یا داده‌های پراکنده‌تر) در صورت صحیح بودن فرض صفر را نشان می‌دهد. برای تصمیم‌گیری، یک سطح معناداری (Significance Level, α)، که در این پژوهش برابر با ۰/۰۵ (۵٪) در نظر گرفته شده است، به عنوان حد پذیرش تعیین شد. تست رتومتری نمونه A و B در پنج نوبت با فواصل ماهانه گرفته شد. در جدول ۱ نتایج حاصل از ۵ سری F-Test کامپاند A و در جدول ۲ نتایج حاصل از ۵ سری F-Test کامپاند B آورده شده است.

جدول ۱- نتایج حاصل از نرم‌افزار MiniTab برای آزمون آماری F-Test برای کامپاند A

Test

Null hypothesis			$H_0: \sigma_1 / \sigma_2 = 1$			
Alternative hypothesis			$H_1: \sigma_1 / \sigma_2 \neq 1$			
Significance level			$\alpha = 0.05$			
T'90	TS2	M-H	DF2	DF1	Method	Number of series
P-Value	P-Value	P-Value				۱ & ۲
۰/۶۷۲	۰/۶۴۸	۰/۷۹۰	۵	۵	F	۲ & ۳
۰/۱۵۴	۰/۵۷۴	۰/۱۸۵				۳ & ۴
۰/۳۳۶	۰/۵۹۰	۰/۱۶۴				۴ & ۵
۰/۱۶۷	۰/۱۳۹	۰/۱۸۲				

همان‌طور که در جدول ۱ مشاهده می‌شود، مقادیر P-Value کامپاند A در ۵ سری بیشتر از ۰/۰۵ بوده است که نشان می‌دهد بین پراکندگی هر دو سری آزمون اختلاف معناداری وجود ندارد و یا هر دو نوبت انجام آزمون متوالی دقت یکسانی داشته است.

جدول ۲- نتایج حاصل از نرم‌افزار MiniTab برای آزمون آماری F-Test برای کامپاند B

Test

Null hypothesis			$H_0: \sigma_1 / \sigma_2 = 1$			
Alternative hypothesis			$H_1: \sigma_1 / \sigma_2 \neq 1$			
Significance level			$\alpha = 0.05$			
T'90	TS2	MH	DF2	DF1	Method	Number of series
P-Value	P-Value	P-Value				۱ & ۲
۰/۴۹۲	۰/۳۲۰	۰/۷۴۳	۵	۵	F	۲ & ۳
۰/۳۶۹	۰/۸۴۳	۰/۶۷۴				۳ & ۴
۰/۹۳۰	۰/۶۸۲	۰/۵۳۵				۴ & ۵
۰/۰۱۴	۰/۸۳۱	۰/۰۴۸				

مقادیر P-Value کامپاند B در ۴ تست اولیه بیشتر از ۰/۰۵ و در آخرین تست کمتر از ۰/۰۵ بوده است که بیانگر اختلاف معنادار بین دو سری آزمون سری آخر بوده است و بنابراین، در این حالت فرضیه صفر که بیانگر نبود تفاوت یا اثر است، رد می‌شود. در مقایسه بین دو کامپاند، الگوهای جالبی مشاهده شد. نمونه A (حاوی کائوچو مصنوعی) پایداری رئولوژیکی خوبی را از خود به نمایش گذاشته است. پارامترهای کلیدی مانند زمان ایمنی (Scorch Time, TS2)، زمان بهینه پخت (Optimum Cure Time, T'90)، گشتاور حداکثر (Max torque -MH) در طول ماه‌ها نوسانات بسیار ناچیزی داشتند که این ثبات توسط آزمون F نیز تأیید شد. این ثبات قابل پیش‌بینی، یکی از ویژگی‌های ذاتی کائوچوهای مصنوعی است که تحت فرایندهای تولید کنترل شده ساخته می‌شوند.

از سوی دیگر، نمونه B (حاوی کائوچو طبیعی) اگرچه به مدت ۴ سیکل در محدوده قابل قبول کنترل کیفیت باقی ماند، اما در مقایسه با نمونه A، در پنجمین سری آزمون، نوسانات آماری جزئی اما معنادارتری را در برخی پارامترهای رئولوژیکی نشان داد. این تغییرپذیری می‌تواند به ماهیت غیرهمگن کائوچو طبیعی نسبت داده شود. باین حال، فرایند کنترل کیفیت دقیق به ما اجازه داد تا این نوسانات طبیعی را از انحرافات واقعی فرایند یا خطاهای آزمایشگاهی متمایز کنیم.

نرم‌افزارها در حوزه کنترل کیفیت آماری شناخته می‌شود و کاربردهای وسیعی در تحلیل داده‌های حاصل از فرایندهای تولیدی یا خدماتی دارد. از جمله موارد استفاده آن می‌توان به تشخیص خطاها و مشکلات موجود در فرایندها، بررسی و تحلیل مسائل و کنترل کیفی اشاره کرد.

در بخش تجربی این مقاله، به توصیف روش تهیه نمونه‌های QCS، فرایند تست‌های انجام شده و نحوه اجرای آزمون آماری F-Test با استفاده از نرم‌افزار MiniTab پرداخته شده است تا عملکرد نمونه‌ها و صحت نتایج به‌طور علمی ارزیابی شوند.

بخش تجربی

مواد:

نمونه‌برداری از دو کامپاند روتین خط تولید که به‌طور پیوسته در آزمایشگاه مورد آزمون قرار می‌گرفت، به‌صورتی دقیق و تحت نظارت کامل انجام شد، به‌گونه‌ای که نمونه کاملاً همگن و یکنواخت حاصل شود. نمونه A حاوی کائوچو مصنوعی، نمونه B حاوی کائوچو طبیعی و سایر عوامل استفاده شده در فرمولاسیون کامپاندها دارای ساختار تقریباً مشابهی بودند. این دو کامپاند با دقت نام‌گذاری و برچسب‌گذاری شد و به‌عنوان نمونه کنترل کیفیت (QCS) در محیط آزمایشگاه با دمای $23 \pm 2^\circ\text{C}$ نگهداری شدند تا شرایط آن از زمان نمونه‌برداری تا انجام آزمون به‌طور کامل ثابت بماند.

روش:

خواص رتومتری آمیزه‌ها با استفاده از دستگاه ODR2000 ساخت شرکت Alpha براساس استاندارد ASTM D 2084 گرفته شد. باتوجه به ماهیت تخریبی تست رتومتر، به‌جای انجام آزمون‌های مکرر روی یک نمونه واحد، شش نمونه همسان و مستقل به‌صورت هم‌زمان تهیه شدند تا تکرارپذیری نتایج با دفعات قبل ارزیابی شود. این شش نمونه یکسان به‌منظور تضمین کیفیت و سنجش پایایی داده‌ها مورد آزمون قرار گرفتند. مطابق با الزامات استاندارد بین‌المللی ISO/IEC 17025، نتایج آزمون دو سری متوالی از نمونه‌ها با استفاده از آزمون F-Test تحلیل شدند تا میزان یکنواختی و تعادل در اندازه‌گیری‌ها ارزیابی شود. در صورتی که مقدار P-Value به‌دست‌آمده بالاتر از حد قابل قبول باشد، نتایج معتبر تلقی و صحت اندازه‌گیری‌ها تأیید می‌شود و آزمون‌ها انجام می‌شود.

این فرایند ارزیابی و پایش کیفیت به‌صورت ماهانه ادامه یافت تا هنگامی که کاهش کارایی یا تغییرات قابل توجهی در نمونه‌ها مشاهده شد. در آن زمان نمونه کنترل کیفیت جدیدی تهیه شد و فرایند آزمایش‌ها دوباره آغاز شد. این رویکرد دقیق و منظم در کنترل کیفیت، تضمین‌کننده صحت و اعتمادپذیری نتایج آزمایشگاهی بود و به افزایش اعتبار داده‌های به‌دست‌آمده کمک شایانی کرد، ضمن این که از بروز خطاهای احتمالی در روند آزمایش‌ها جلوگیری می‌کرد.

نتیجه‌ها و بحث

برای ارائه یک پایه کمی جهت ارزیابی یکنواختی، از آزمون F-Test استفاده شد. این آزمون به‌طور مشخص بررسی می‌کند که آیا پراکندگی نتایج در بین شش نمونه مستقل در دو سری متوالی، در حد نوسانات تصادفی قابل قبول است یا خیر؟ محاسبات این آزمون به‌طور کارآمد با استفاده از نرم‌افزار MiniTab، انجام شد. فرایند تصمیم‌گیری برای قبول یا رد نتایج بر پایه منطق آزمون فرض (Hypothesis Testing) بنا شده است:

۱- تعریف فرضیه:

- فرض H_0 (Null Hypothesis): این فرض بیان می‌کند که واریانس (پراکندگی) داده‌های حاصل از دوسری آزمون (هر سری شامل شش نمونه) برابر است. به عبارت دیگر، سیستم اندازه‌گیری پایدار است و نتایج حاصل از نظر آماری اختلاف معناداری ندارند.
- فرض H_1 (Alternative Hypothesis): این فرض بیانگر آن است که واریانس داده‌ها برابر نیست و اختلاف معناداری بین پراکندگی نتایج وجود دارد که می‌تواند ناشی از خطای دستگاه، عدم یکنواختی نمونه یا خطای انسانی باشد.

- [1] ISO 5725-1:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results-part 1: General principles and definitions.
- [2] ISO 5725-2:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results-part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method.
- [3] ISO 5725-3:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods-part 3: Intermediate measures of the precision of a standard method.
- [4] ISO 5725-4:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results-part 4: Basic methods for the determination of the trueness of a standard measurement method.
- [5] ISO 5725-5:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results-part 5: Alternative methods for the determination of the precision of a standard measurement methods.
- [6] ISO 5725-6:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results-part 6: use in practice of accuracy values.
- [7] ISO/IEC 17025, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. International Organization for Standardization/ International Electrotechnical Committee, Geneva, 2017.