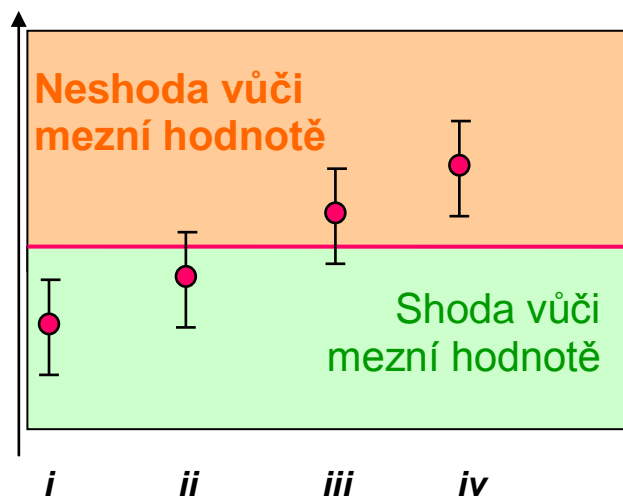


## Použití informace o nejistotě při posuzování shody

V tomto letáčku se uvádí, jak lze posuzovat shodu se specifikací či právním předpisem dle příručky Eurachem/CITAC

### Úvod

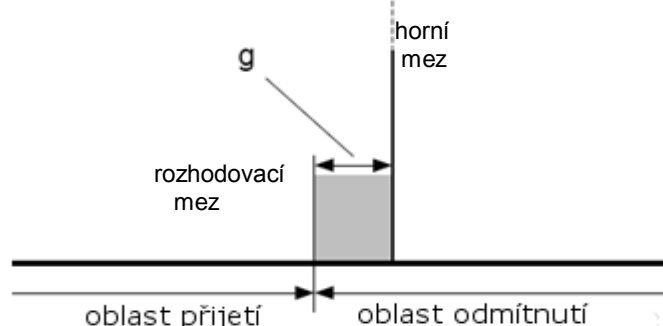
Při použití výsledků zkoušek pro posuzování shody tj. rozhodování, zda vyhovují specifikaci nebo právním předpisům, je nutno brát v úvahu i nejistotu měření výsledku zkoušky. Posouzení shody pro případy **i** a **iv** z obrázku 1 je zřejmé – výsledky měření včetně intervalu nejistoty jsou nepochybně pod nebo nad mezní hodnotou. U případů **ii** a **iii** rozhodnutí není jasné, protože interval nejistoty zahrnuje mezní hodnotu. Jak řešit případy **ii** a **iii** poskytuje návod pokyn Eurachem/CITAC [1].



Obrázek 1 Výsledky zkoušky s rozšířenou nejistotou ve vztahu k horní mezi.

### Potřeba oblastí přijetí a odmítnutí

Pro posouzení, zda výsledky **ii** a **iii** jsou vyhovující ve vztahu k mezní hodnotě, potřebujeme rozhodovací pravidlo, vycházející z rizik, že bude učiněno chybné rozhodnutí. Toto rozhodovací pravidlo umožňuje vypočítat ochranné pásmo  $g$  (viz obrázek 2), které určuje oblast přijetí a oblast odmítnutí. Pokud se výsledek měření nachází v oblasti přijetí, vyhovuje specifikaci a je vyjádřením shody. Nachází-li se v oblasti odmítnutí, je posuzován jako neshoda. Hranice mezi oběma těmito oblastmi se nazývá rozhodovací mezí viz obrázek 2. Ochranné pásmo je určeno tak, aby pro měření nacházející se v oblasti přijetí byla pravděpodobnost chybného přijetí tedy odmítnutí menší nebo rovna definované konfidenční úrovni  $\alpha$ .



Obrázek 2. Ochranné pásmo ( $g$ ), rozhodovací mez a oblast přijetí a odmítnutí pro specifikaci s horní mezí a rozhodovací pravidlo pro vysokou spolehlivost správného přijetí.

### Informace potřebné pro rozhodnutí

Pro dosažení rozhodnutí je třeba znát:

- jasnou specifikaci měřené veličiny,
- výsledek analýzy,
- nejistotu – u rozšířené nejistoty by měl být uveden koeficient  $k$  a odpovídající konfidenční úroveň např.  $k = 2$  pro 95% úroveň,
- specifikace horní a/nebo dolní meze,
- rozhodovací pravidlo.

Pomocí nejistoty a rozhodovacího pravidla se vypočte ochranné pásmo. Na základě specifikace a rozhodovacího pravidla se vypočte rozhodovací mez a oblasti přijetí a odmítnutí viz obrázek 2.

### Příklady 1-3

**Příklad 1 – případ ii z obrázku 1 s horní mezí a rozhodovacím pravidlem zaměřeným na správné přijetí**

Kal z čistíren odpadních vod se může používat pro hnojení půd. Jedním z toxických kovů, který může dělat problém, je kadmium. Horní mez pro celkové kadmium v kalu je stanovena na 2 mg/kg.

- Měřená veličina – hmotnostní zlomek kadmia, Cd, v dodávce zákazníkovi.
- Analytický výsledek – hmotnostní zlomek (Cd) = 1,82 mg/kg.
- Nejistota –  $U = 0,20$  mg/kg,  $k = 2$  (95 %). Standardní nejistota,  $u = 0,10$  mg/kg. Nejistota zahrnuje jak vzorkování, tak i nejistotu analýzy.
- Specifikace – Horní povolená mez 2,0 mg/kg.
- Rozhodovací pravidlo – Rozhodovací mez je hmotnostní zlomek, u kterého lze rozhodnout na konfidenční úrovni přibližně 95 % ( $\alpha=0,05$ ), že

### Příklad 1 pokračování

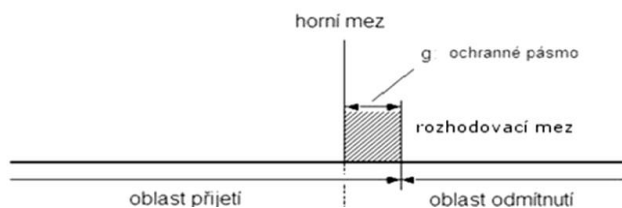
várka vykazuje hmotnostní zlomek pod horní mezí.

- Ochranné pásmo se vypočítá jako  $1,65u = 0,165 \text{ mg/kg}$  - (případ 1 v pokynu [1] s hodnotou  $k$  1,65 pro jednostrannou hodnotu  $z$  při 95% konfidenční úrovni). Rozhodovací mez se bude rovnat  $2 - 0,165 = 1,84 \text{ mg/kg}$ . Všechny hodnoty pod touto hodnotou se nacházejí v oblasti přijetí. Hodnoty rovné nebo vyšší patří do oblasti odmítnutí – viz obrázek 2. Daný vzorek kalu vyhovuje požadavkům shody.

### Příklad 2 – případ iii z obrázku 1 – horní mez a rozhodovací pravidlo zaměřené na správné odmítnutí

Dle zákona je důležité, aby nebyla potrestána nevinná osoba. Rozhodovací mez je možno nastavit tak, aby se snížila možnost, že se tak stane. Zde je uveden případ měření alkoholu v krvi (EtOH) ve vzorku odebraného řidiči ve Švédsku, který vykazoval pozitivní výsledek při prověřovací zkoušce.

- Měřená veličina – hmotnostní zlomek celkového EtOH ve vzorku krve dodaného do laboratoře
- Analytický výsledek – hmotnostní zlomek (EtOH) =  $0,221 \text{ mg/g}$
- Nejistota –  $U = 0,013 \text{ mg/g}$ ,  $k = 2$  (95 %). Standardní nejistota,  $u = 0,0065 \text{ mg/kg}$  [1]. Tato nejistota zahrnuje jak nejistotu vzorkování, tak i analýzy.
- Právní předpis – Horní dovolená mez  $0,200 \text{ mg/g}$
- Rozhodovací pravidlo – *Rozhodovací mezí je hmotnostní zlomek, od kterého lze rozhodnout na konfidenční úrovni přibližně 99,9 % ( $\alpha=0,001$ ) že dovolená mez byla opravdu překročena.*
- Ochranné pásmo se vypočítá jako  $3,10u = 0,020 \text{ mg/g}$  - (případ 1 v pokynu [1] s hodnotou  $k$  3,10 pro jednostrannou hodnotu  $z$  pro 99,9% konfidenční úroveň). Rozhodovací mez bude  $0,200 + 0,020 = 0,220 \text{ mg/g}$ . Všechny hodnoty nižší než tato hodnota patří do oblasti přijetí (tedy přijetí skutečnosti, že výsledek neopravňuje k závěru, že daná mez byla překročena). Hodnoty rovné, nebo vyšší patří oblasti odmítnutí – viz obrázek 3.

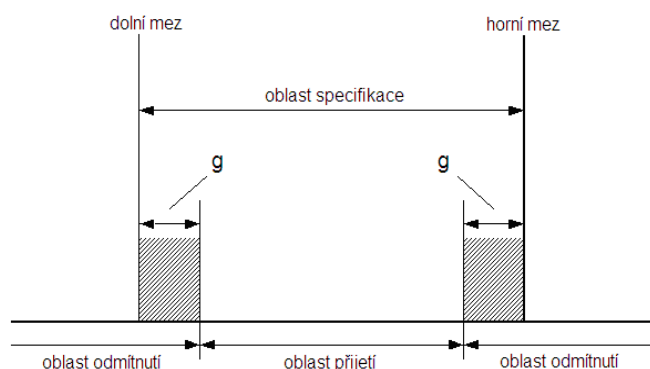


Obrázek 3 – Ochranné pásmo ( $g$ ), rozhodovací mez, oblast přijetí a oblast odmítnutí pro specifikaci s horní mezí a rozhodovacím pravidlem určujícím vysokou konfidenční úroveň správného odmítnutí.

### Příklad 3 – případ ii z obrázku 1 – s dolní a horní mezí a rozhodovacím pravidlem zaměřeným na správné přijetí

Při výrobě oceli musí být obsah niklu pro určitý druh nerezové oceli v mezích od 16,0 to 18,0 hmotnostních % ( $w/w$ ).

- Měřená veličina – hmotnostní zlomek niklu, Ni ve várce oceli zasílané zákazníkovi.
- Analytický výsledek – hmotnostní zlomek (Ni) = 16,1 %.
- Nejistota –  $U = 0,2 \%$  hmotnostních % Ni,  $k = 2$  (95 %). Standardní nejistota,  $u = 0,1 \%$ . Tato nejistota zahrnuje jak nejistotu vzorkování, tak i analýzy.
- Specifikace – dolní povolená mez 16,0 %. Horní povolená mez 18,0 %.
- Rozhodovací pravidlo – *Rozhodovací mezí je hmotnostní zlomek, u kterého lze rozhodnout na konfidenční úrovni přibližně 95 % ( $\alpha=0,05$ ), že várce náleží hmotnostní zlomek vyšší než dolní mez a nižší než horní mez.*
- Obě ochranná pásma se vypočítají jako  $1,65u = 0,17 \%$  (případ 1b v příručce [1] s hodnotou  $k$  1,65 pro jednostrannou hodnotu  $z$  při 95 % konfidenční úrovni). Rozhodovací meze se budou rovnat 16,17 % a 17,83 %. Hodnoty ležící mezi těmito hodnotami budou patřit do oblasti přijetí – viz obrázek 4.



Obrázek 4 – Ochranná pásma ( $g$ ), rozhodovací meze, oblast přijetí a dvě oblasti odmítnutí pro specifikaci s dolní a horní mezí a rozhodovacím pravidlem určujícím vysokou konfidenční úroveň správného přijetí.

<sup>1</sup> Eurachem/CITAC Guide Use of uncertainty in compliance assessment, 2007 [www.eurachem.org](http://www.eurachem.org). Přeloženo jako Použití informací o nejistotě k posuzování shody. Pokyn EURACHEM/CITAC in Kvalimetrie 15. (M. Suchánek, ed.). EURACHEM-ČR, Praha 2008. ISBN 80-86322-03-3.