



Применение информации о неопределенности измерения при оценке соответствия

В данном информационном листе рассмотрено Руководство EURACHEM/CITAC: как оценить соответствие техническим или законодательным требованиям

Введение

Когда результаты испытаний применяются для оценки соответствия, т.е. для принятия решения о соблюдении технических или законодательных требований, то необходимо учитывать неопределенность измерения результатов испытаний. Оценка соответствия однозначна в случаях I и IV на рисунке 1 – результаты измерений с учетом интервала неопределенности явно ниже или выше предельного значения. В случаях II и III нельзя однозначно принять решение о соответствии или несоответствии, так как интервал неопределенности охватывает предельное значение. В руководстве EURACHEM/CITAC [1] приводится разъяснение для случаев II и III.

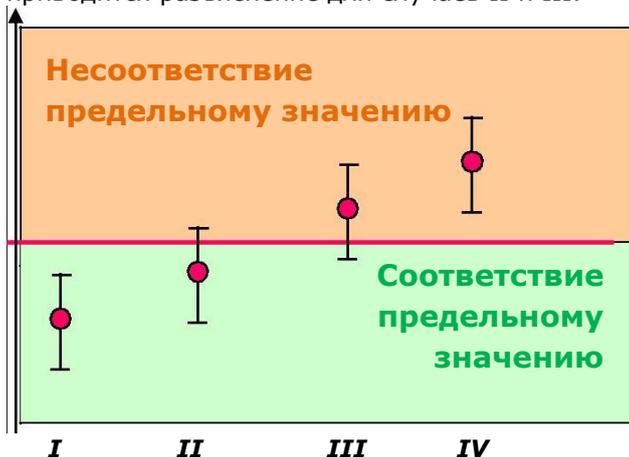


Рис.1 Результаты испытаний с расширенной неопределенностью и верхнее предельное значение

Необходимо определить области допустимых и неприемлемых значений

Для того чтобы принять решение о соответствии предельному значению результатов в случаях II и III, необходимо сформулировать правило принятия решений, исходя из рисков, связанных с принятием неправильного решения. Такое правило принятия решения позволит рассчитать защитный интервал g (рис.2), определяющий области допустимых и неприемлемых значений. Если результат измерения находится в пределах области допустимых значений, можно констатировать соответствие техническим требованиям. Если результат измерений находится в области неприемлемых значений, то можно говорить о несоответствии. Линия пересечения этих двух областей называется пределом принятия решения (рис.2). Защитный интервал определяется таким образом, чтобы вероятность ошибочного решения о приемлемости/неприемлемости результата измерения, лежащего в области допустимых значений, была меньше заданного значения уровня значимости α или равна ему.

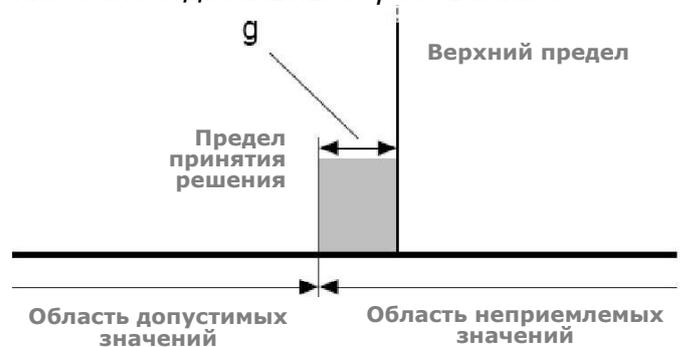


Рис.2 Защитный интервал (g), предел принятия решения, область допустимых значений, область неприемлемых значений, рассчитанные исходя из верхнего предела, установленного техническими требованиями, и правила принятия решения, обеспечивающего высокую достоверность вывода о соответствии

Информация, необходимая для принятия решения:

- четко определенная измеряемая величина
- аналитический результат
- неопределенность: для расширенной неопределенности должны быть указаны коэффициент охвата k и соответствующий доверительный уровень, например, $k = 2$ для вероятности 95 %.
- технические требования, в которых установлен верхний и/или нижний предел
- правило принятия решений

Защитный интервал рассчитывается исходя из неопределенности и правила принятия решения. На основании технических требований и правила принятия решений рассчитывается предел принятия решения, а также области допустимых и неприемлемых значений (рис.2).

Три примера

Пример 1. Случай II на рисунке 1: верхний предел и правило принятия решения, обеспечивающее достоверный вывод о соответствии

Шлам от водоочистительных установок может быть использован для удобрения почвы. Одним из токсичных металлов, который может вызывать проблему, является кадмий. Верхний предел общего содержания кадмия в шламе установлен на уровне 2 мг/кг.

- измеряемая величина: массовая доля кадмия (Cd) в партии, поставляемой заказчику
- аналитический результат: массовая доля кадмия (Cd) = 1,82 мг/кг
- неопределенность измерения: $U = 0,20$ мг/кг, $k = 2$ (95 %). Стандартная неопределенность измерения: $u = 0,10$ мг/кг. Неопределенность измерения включает как неопределенность отбора проб, так и неопределенность аналитического измерения
- технические требования: верхний предел 2,0 мг/кг

- правило принятия решения: *пределом принятия решения является значение массовой доли, при котором можно с доверительной вероятностью приблизительно 95 % ($\alpha = 0,05$) принять решение о том, что значение массовой доли во всей партии ниже верхнего предела.*

- защитный интервал: $1.65u = 0,165$ мг/кг (случай 1 в руководстве [1] со значением $k = 1,65$ для одностороннего t при доверительной вероятности 95 %). Предел принятия решения составит:

$2 - 0,165 = 1,84$ мг/кг. Все значения ниже рассчитанного находятся в области допустимых значений. Все значения, равные или выше рассчитанного, лежат в области неприемлемых значений (рис.2). В примере со шламом мы наблюдаем соответствие требованиям.

Пример 2. Случай III на рисунке 1: верхний предел и правило принятия решения, обеспечивающее достоверный вывод о несоответствии

По закону важно избежать наказания невиновных. Чтобы уменьшить вероятность возникновения такой ситуации, может устанавливаться предел принятия решения. Для примера возьмем измерение содержания алкоголя (EtOH) в пробе крови, взятой в Швеции у водителя, у которого при скрининговом анализе было установлено наличие алкоголя.

- измеряемая величина: массовая доля общего этанола (EtOH) в пробе крови, доставленной в лабораторию

- аналитический результат: массовая доля этанола (EtOH) = 0,221 мг/г

- неопределенность измерения: $U = 0,013$ мг/г, $k = 2$ (95 %). Стандартная неопределенность: $u = 0,0065$ мг/кг. Неопределенность измерения включает в себя как неопределенность отбора проб, так и неопределенность аналитического измерения.

- законодательное требование: верхний предел 0,200 мг/г

- правило принятия решения: *пределом принятия решения является значение массовой доли, выше которого можно с доверительной вероятностью приблизительно 99,9 % ($\alpha = 0,001$) принять решение о том, что допустимый предел действительно превышен.*

- защитный интервал: $3.10u = 0,020$ мг/г (случай 1 в руководстве [1] со значением $k = 3,10$ для одностороннего t при доверительной вероятности 99,9 %). Предел принятия решения составит: $0,200 + 0,020 = 0,220$ мг/г. Все значения ниже этого находятся в области допустимых значений (т.е. принимается, что результат не подтверждает вывод о превышении предела). Все значения, равные или выше рассчитанного, находятся в области неприемлемых значений (рис. 3).

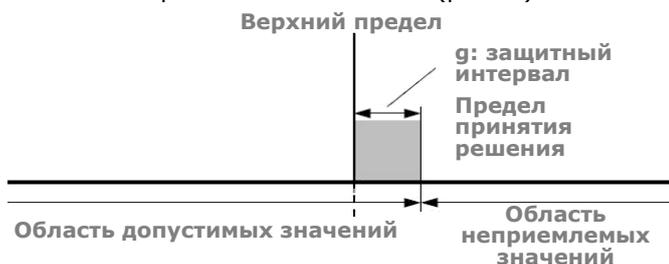


Рис.3 Защитный интервал (g), предел принятия решения, область допустимых значений, область неприемлемых значений, рассчитанные исходя из установленного верхнего предела и правила принятия решения, обеспечивающего высокую достоверность вывода о несоответствии

Пример 3. Случай II на рисунке 1: нижний и верхний пределы и правило принятия решения, обеспечивающее достоверный вывод о соответствии

При производстве нержавеющей стали массовая доля никеля должна находиться в диапазоне от 16,0 % до 18,0 %.

- измеряемая величина: массовая доля никеля (Ni) в партии стали, поставляемой заказчику

- аналитический результат: массовая доля никеля (Ni) = 16,1 %

- неопределенность (абсолютная): $U = 0,2$ %, $k = 2$ (95 %). Стандартная неопределенность: $u = 0,1$ %. Неопределенность включает в себя как неопределенность отбора проб, так и неопределенность аналитического измерения.

- технические требования: нижний допустимый предел 16,0 %, верхний допустимый предел 18,0 %.

- правило принятия решения: *пределом принятия решения является значение массовой доли, при котором можно с уровнем доверительной вероятности примерно 95 % ($\alpha = 0,05$) принять решение о том, что массовая доля во всей партии выше нижнего предела и ниже верхнего предела.*

- защитный интервал: $1.65u = 0,17$ % (случай 1b в руководстве [1] со значением $k = 1,65$ для одностороннего t при доверительной вероятности 95 %). Пределы принятия решения: 16.17 % и 17.83 %. Все значения, находящиеся в диапазоне между этими значениями, лежат в области допустимых значений (рис. 4).

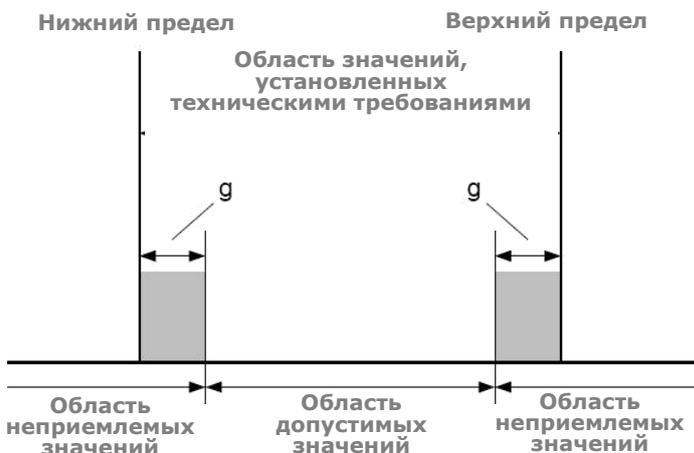


Рис.4 Защитные интервалы (g), пределы принятия решения, область допустимых значений и две области неприемлемых значений, рассчитанные из установленного нижнего и верхнего пределов и правила принятия решения, обеспечивающего высокую достоверность вывода о соответствии

¹ Руководство EURACHEM/CITAC Применение информации о неопределенности при оценке соответствия, 2007 www.eurachem.org.