



# ZKUŠENOSTI S VYUŽITÍM NEJISTOT MĚŘENÍ V MPZ

**Martina Bučková, Petra Dědková,  
Roman Dvořák**



Výzkumný ústav vodohospodářský  
T. G. Masaryka,  
veřejná výzkumná instituce

# ASLAB

## Středisko pro posuzování laboratoří

---

- Posuzování odborné způsobilosti laboratoří podle ČSN EN ISO 17025:2005 Všeobecné požadavky na odbornou způsobilost zkušebních a kalibračních laboratoří.
- Organizování mezilaboratorního porovnávání zkoušek pro oblast životního prostředí.

# Mezilaboratorní porovnávání zkoušek v oblasti radiologického rozboru vod a zeminy

---

Uměle připravené vzorky:

celková objemová aktivita  $\alpha$ , celková objemová aktivita  $\beta$ ,  
objemová aktivita  $^{222}\text{Rn}$ ,  $^{226}\text{Ra}$ ,  $^{210}\text{Pb}$ ,  $^{210}\text{Po}$ ,  $^3\text{H}$ ,  $^{90}\text{Sr}$ ,  
hmotnostní koncentrace uranu,  
gamaspektrometrické stanovení.

Přírodní vzorky:

celková objemová aktivita  $\alpha$ , celková objemová aktivita  $\beta$ ,  
objemová aktivita  $^{226}\text{Ra}$ , hmotnostní koncentrace uranu,  
gamaspektrometrické stanovení zeminy.

# Mezilaboratorní porovnávání zkoušek v oblasti radiologického rozboru vod a zeminy

---

Četnost MPZ: 1x ročně

Příprava vzorků: VÚV T.G.M., v.v.i.  
oddělení radioekologie – referenční laboratoř

Počet účastníků:

	2007	2006	2005	2004	2003	2002	2001	2000
Počet účastníků	40	36	34	35	34	36	33	34

Závěrečný seminář – vyhodnocení výsledků MPZ

# Využívání $\zeta$ -skóre (zeta-skóre) jako hodnotícího kritéria chemických MPZ

**PROČ ?**

**Potřeba kritéria, které posoudí, zda laboratoře pracují s reálnou hodnotou nejistoty měření**

**1) Znalost nejistoty výsledku měření považuje norma ČSN EN ISO/IEC 17025 za samozřejmost. Podle této normy musí zkušební laboratoře pracující dle systému kvality dle ČSN EN ISO/IEC 17025 mít a používat postupy pro odhad nejistoty.**

**2) Doporučení pracovní skupiny EEE (EA, EUROLAB, EURACHEM):**

**„žádat od účastníků MPZ výsledky včetně nejistot měření, při vyhodnocování výsledků MPZ pracovat s nejistotami měření, pro hodnocení výkonu laboratoří používat z-skóre a paralelně zeta-skóre a monitorovat uvádění nejistot měření akreditačními orgány“**

# Jaké jsou hlavní požadavky dle doporučení EEE:

- žádat od účastníků MPZ výsledky včetně nejistot měření
- při vyhodnocování výsledků MPZ pracovat s nejistotami měření
- využívat principy ISO 13 528 (tato norma doporučuje využívání z-skóre i zeta-skóre)
- pro hodnocení výkonu laboratoří používat z-skóre a paralelně zeta-skóre a monitorovat uvádění nejistot měření akreditačními orgány

Uvedené požadavky viz Sborník materiálů semináře  
„Zajišťování kvality výsledků zkoušek“, ČIA, Skalský dvůr  
12.10.2006

# ISO/FDIS 13528:2005

*(Statistical methods for use in proficiency testing  
in laboratory comparisons)*

definuje různá kritéria vyhodnocení výsledků od z-skóre,  
z'-skóre,  $E_n$  až po zeta-skóre.



# DEFINICE ZETA-SKÓRE

$$\zeta = \frac{x_{lab} - X_{ref}}{\sqrt{u_{lab}^2 + u_{ref}^2}}$$

$x_{lab}$  hodnota měřené veličiny účastníka MPZ

$X_{ref}$  vztažná hodnota měřené veličiny

$u_{lab}$  standardní nejistota měření účastníka MPZ

$u_{ref}$  standardní nejistota vztažné hodnoty

# INTERNATIONAL STANDARD ISO 13528

First edition 2005-09-01

## Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons

### 7.7.2 Interpretation of $z$ -scores

When there is an effective system in operation for validating laboratories' own estimates of the standard uncertainties of their results,  $\zeta$ -scores may be used instead of  $z$ -scores, and shall be interpreted in the same way as  $z$ -scores (see 7.4), using the same critical values of 2,0 and 3,0.

ASLAB přijal doporučení skupiny EEE (EA, EUROLAB, EURACHEM) k využití nejistoty měření v MPZ a již počátkem roku 2006 je začal uplatňovat v praxi.

Tento krok následoval po dvouleté přípravě laboratoří na uvádění nejistot měření v MPZ

- Ve všech chemických a radiologických MPZ pořádaných ASLAB v roce 2006 byly povinně vyžadovány od všech účastníků kromě výsledků i nejistoty měření.
- $\zeta$ -skóre (zeta-skóre) jako kritérium pro vyhodnocení chemických a radiologických MPZ.
- Všichni účastníci MPZ pořádaných v roce 2006 obdrželi také vyhodnocení podle z-skóre.

# NEJISTOTA VZTAŽNÉ HODNOTY

V MPZ byla získána:

- **VÝPOČTEM DOPORUČENÝM PŘI AUDITU REFERENČNÍ LABORATOŘE PŘEDSTAVITELEM ČMI**
- **ODBORNÝM ODHADEM REFERENČNÍ LABORATOŘE PŘIPRAVUJÍCÍ VZORKY U PŘÍRODNÍCH VZORKŮ ČI VZORKŮ S PEVNOU MATRICÍ**

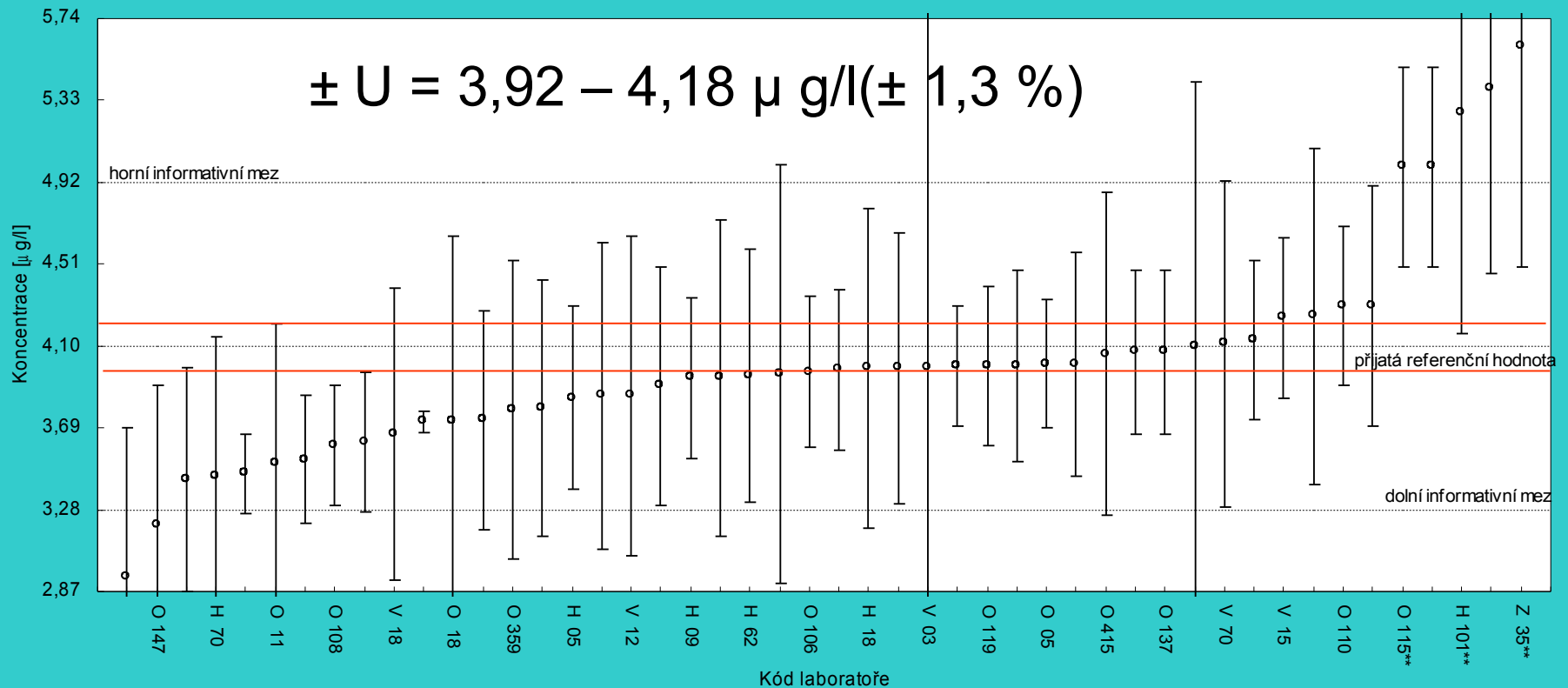
# NEJISTOTA MĚŘENÍ

Návod pro získání hodnoty nejistoty měření uvádí např.:

- ČSN P ISO/TS 21748 z května 2005,
- příručka pro laboratoře Kvalimetrie 11, Stanovení nejistoty analytického měření, Praha 2001,
- příručka Kvalimetrie 13, Odhad nejistot chemických a mikrobiologických měření, Praha 2003

<b>CHEMICKÉ MPZ V ROCE 2006</b>	<b>POKLES ÚSPĚŠNOSTI OPROTI ROKU 2005 V %</b>
OR-CH-1/06	11,0
OR-CH-2/06	6,9
OR-CH-3/06*	10,2
OR-CH-4/06	9,0
OR-CH-5/06	13,0
OR-CH-6/06	11,0
OR-RA-06	1,7
<b>z toho umělé vzorky</b>	<b>- 1,2 (zvýšení úspěšnosti)</b>
OR-CH-7/06	1,8
OR-CH-8/06	7,1
OR-CH-9/06	7,2
OR-CH-10/06	6,3
OR-CH-11/06	29,6
OR-CH-3/06 náhradní kovy	0,0
OR-CH-12/06	5,2
<b>z toho anorganické ukazatele</b>	<b>3,3</b>
<b>z toho organické ukazatele</b>	<b>7,1</b>
OR-PCB-06	14,7
<b>Průměr z všech uvedených MPZ</b>	<b>8,9</b>

# Graf rozšířených nejistot pro stanovení koncentrace kadmia v pitné a povrchové vodě OR-CH-3/06





# International Measurement Evaluation Programme IMEP®)

## Importance of traceability (2)

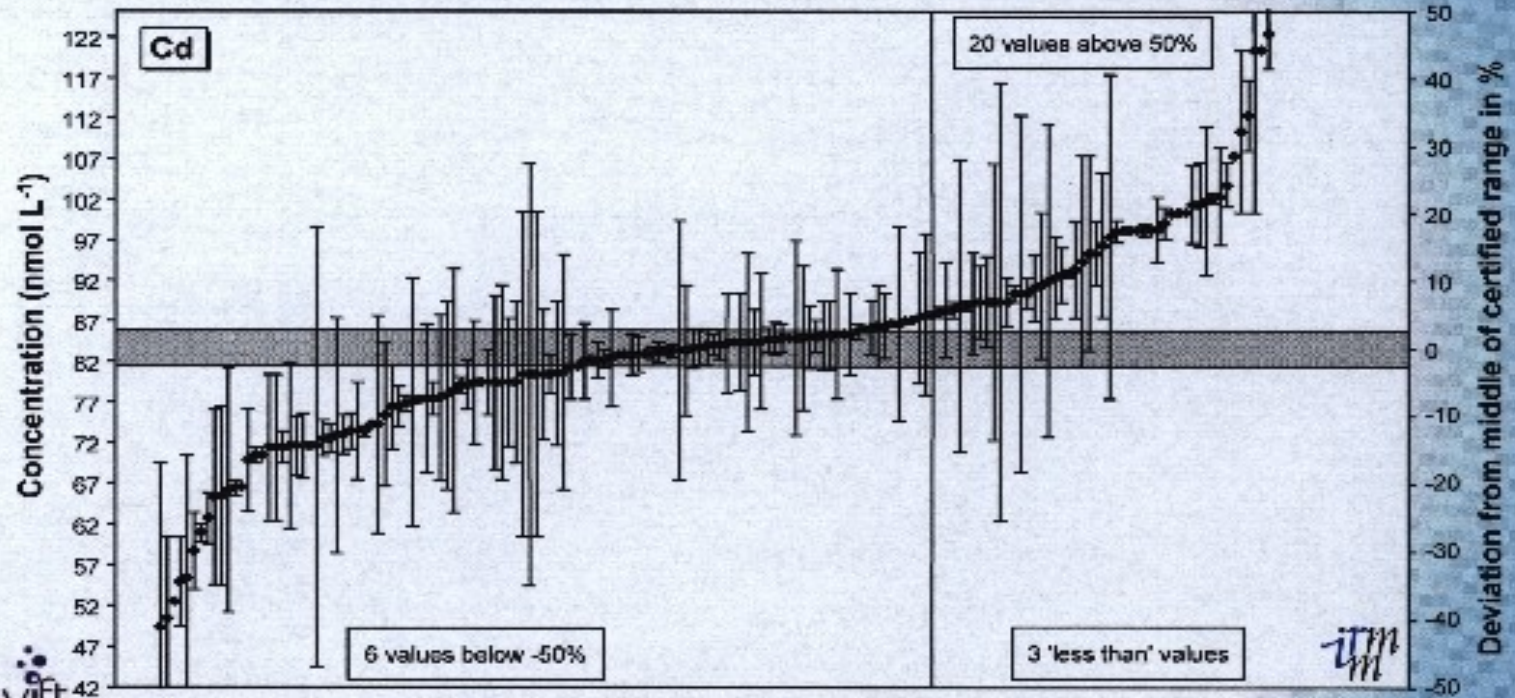
### Cd in river water



Setting standards  
in analytical science

IMEP-9: Trace elements in water III

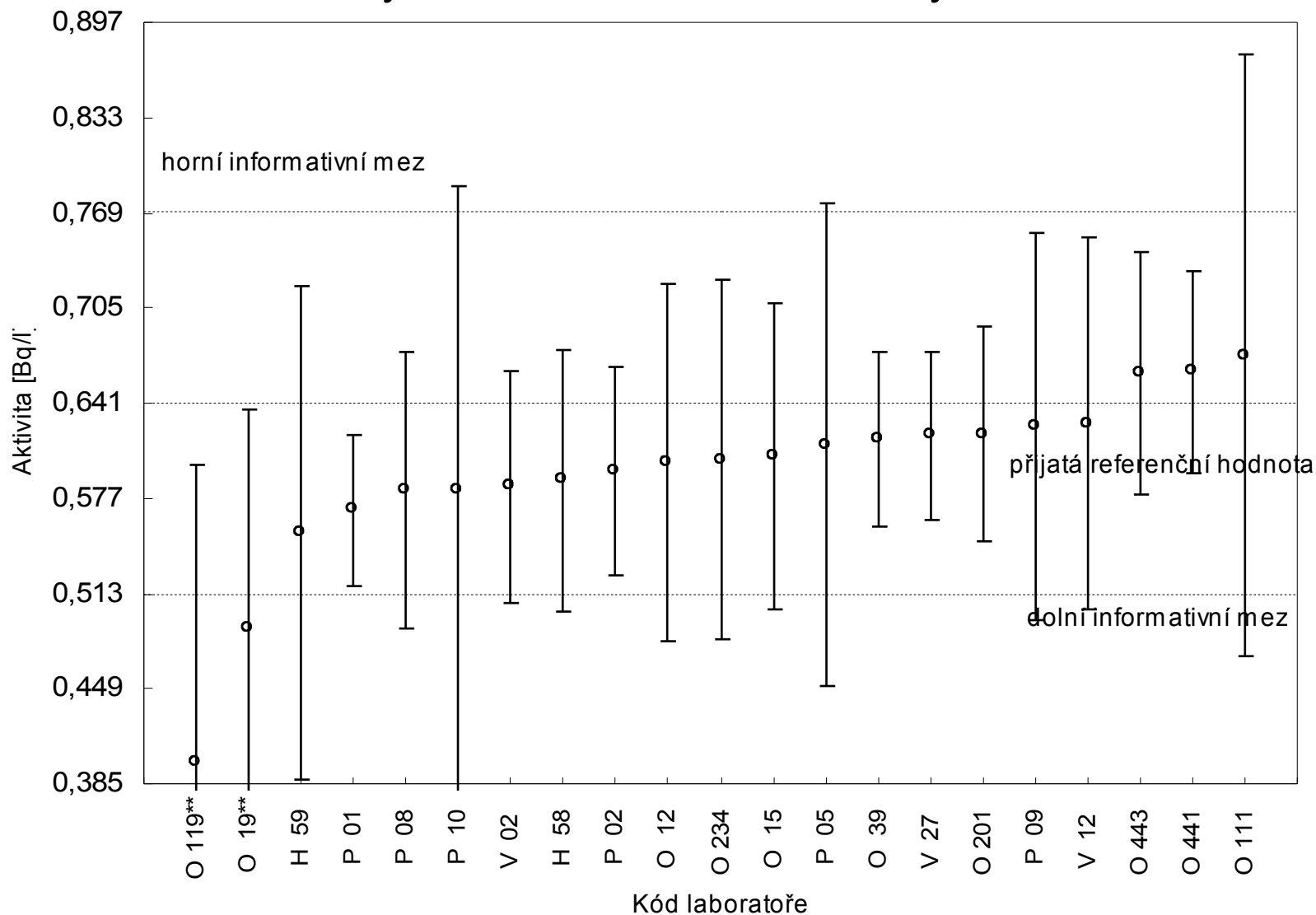
Certified range ( $\pm U = 2u_e$ ): 81.0 - 85.4 nmol L<sup>-1</sup>



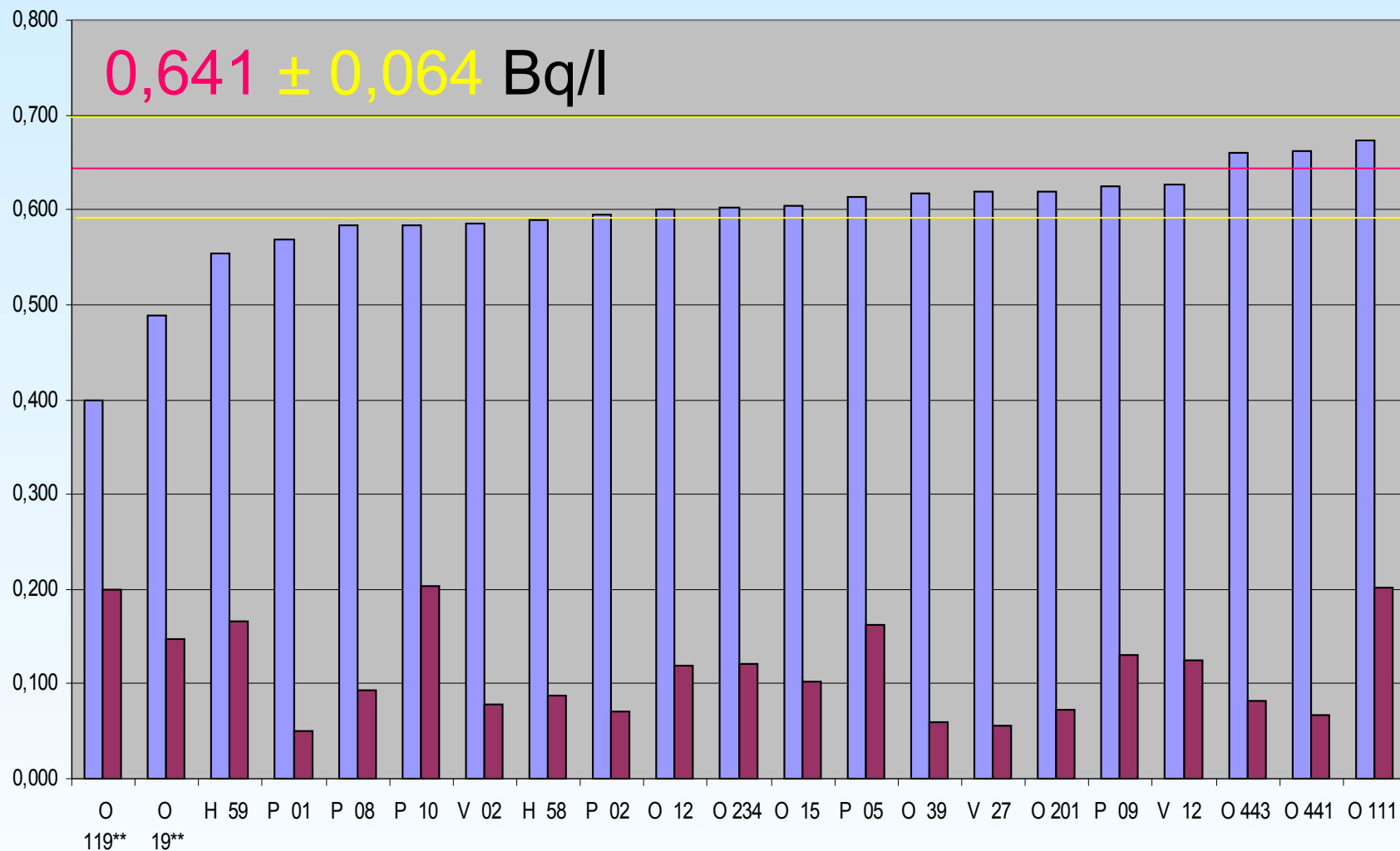
Results from all laboratories

14

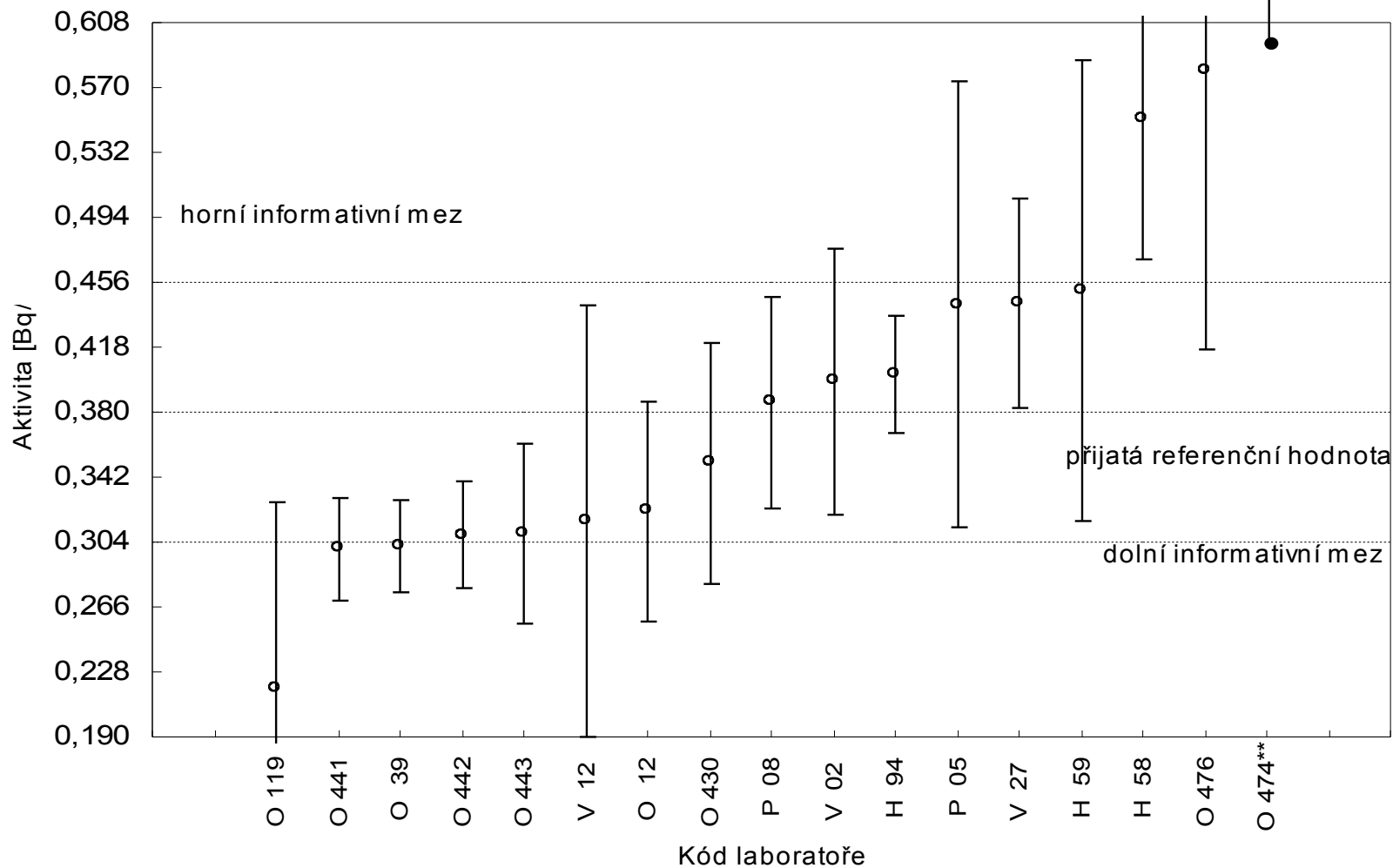
## Graf rozšířených nejistot pro měření celkové objemové aktivity alfa v OR-RA-06, modelový vzorek



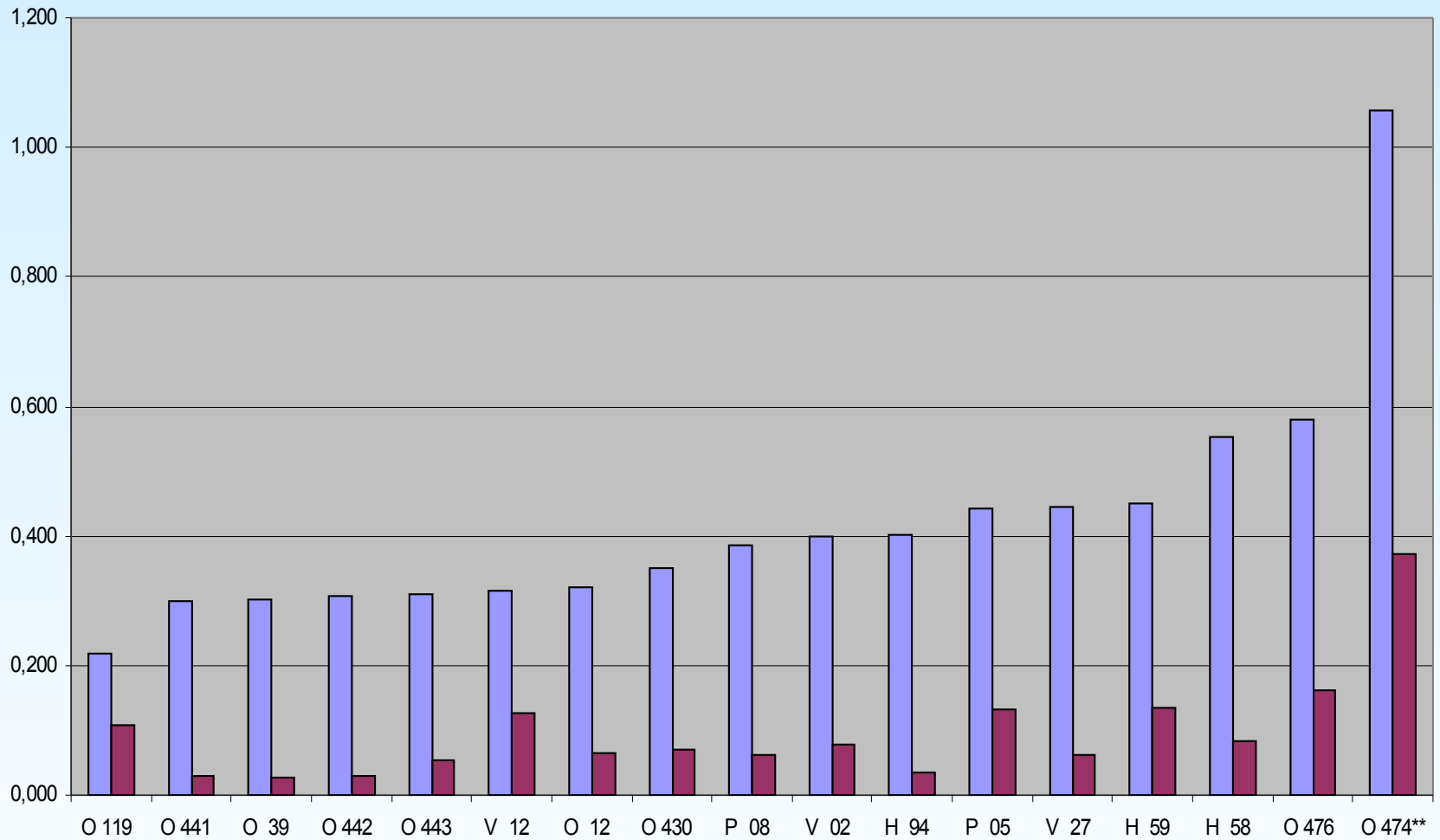
## Aktivita alfa-modelový vzorek OR-RA-06



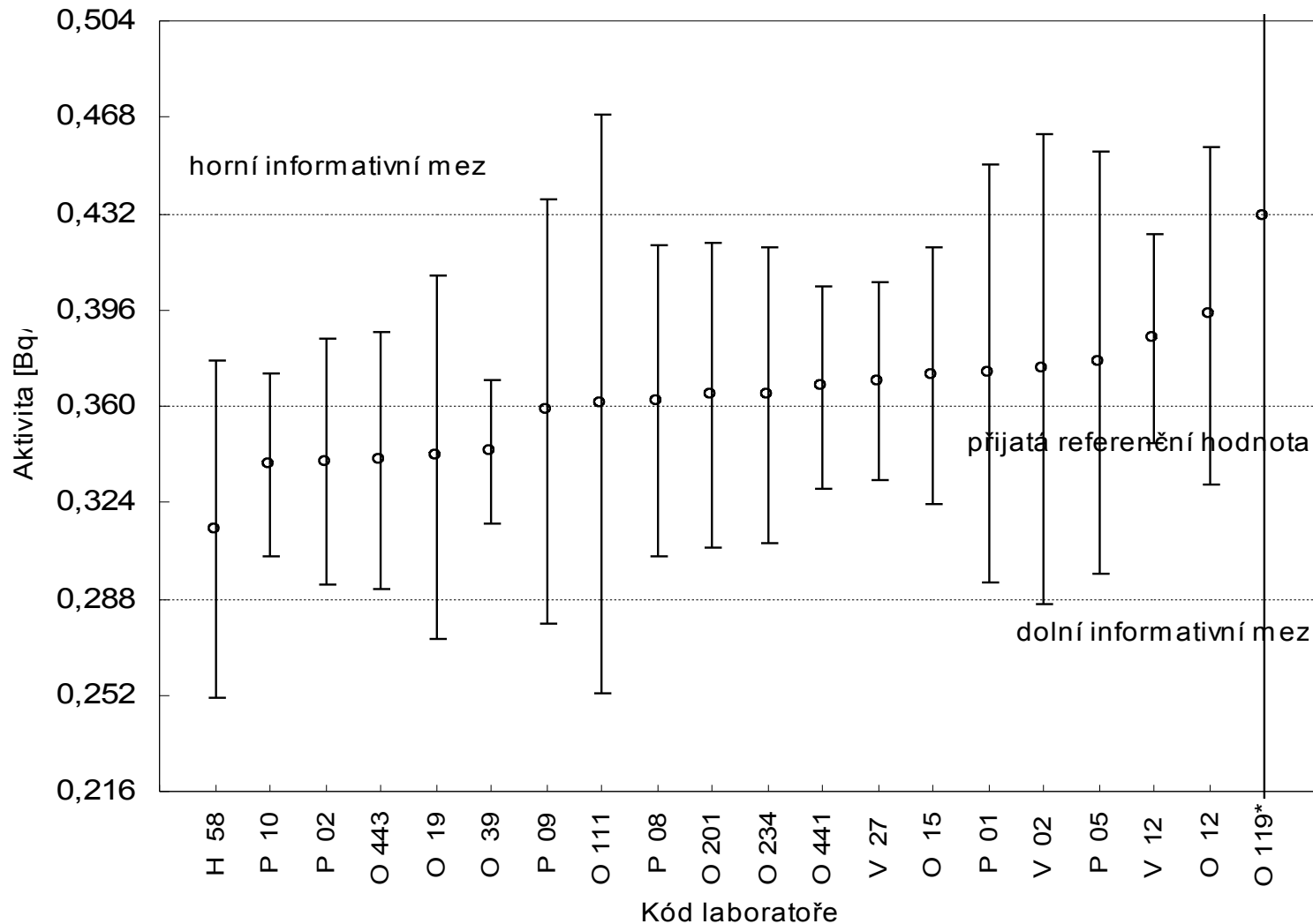
## Graf rozšířených nejistot pro měření celkové objemové aktivity $\alpha$ přírodního vzorku



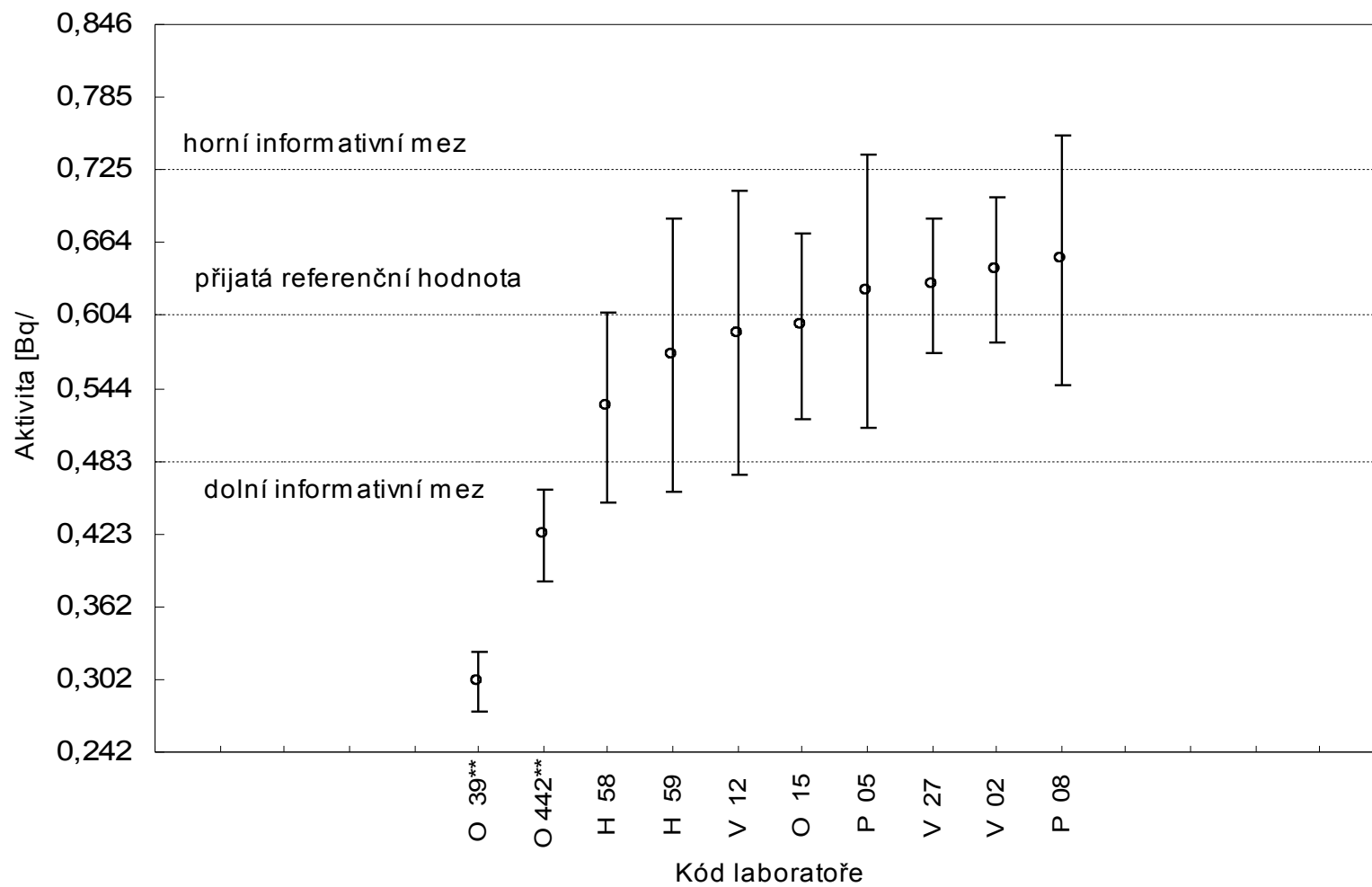
## Aktivita alfa - přírodní vzorek OR-RA-06



## Graf rozšířených nejistot pro měření celkové objemové aktivity beta v modelovém vzorku OR-RA-06



## Graf rozšířených nejistot pro měření celkové objemové aktivity beta přírodního vzorku v OR-RA-06



# Hodnoty rozšířených nejistot měření umělých vzorků v OR-RA-06

Vzorek	Průměrná U v % ze všech stanovení
1 - aktivita alfa	19,9
2 - aktivita beta	18,5
3 - 222 Rn	13,6
4 - 226 Ra	17,6
5 - Uran	13,3
6 - 210 Pb	25,6
7 - 210 Po	18,4
8 - 90 Sr	16,9
9 - 3 H	11,0
10 - Gama	
57 Co	15,6
60 Co	15,6
134 Cs	15,6
137 Cs	15,6



---

**<http://aslab.vuvv.cz>**

**aslab@vuvv.cz**

---