

Změna hodnocení MPZ při přechodu z evropských pravidel na pravidla světová

Miloslav Jakob, JTC Ostrava

Anotace

Vydáním Směrnice ISO-Guide 43 se změnilly podmínky hodnocení výsledků mezilaboratorních porovnávacích zkoušek zejména v oblasti vyhodnocování výsledků těchto zkoušek. V příspěvku jsou shrnuty výhody a nevýhody tohoto hodnocení. Jsou zhodnoceny možnosti odhadů nejistot zkoušení z výsledků MPZ.

Úvod

Celosvětové sjednocování podmínek zkoušení vedlo postupně i k vývoji přístupů k vyhodnocování výsledků mezilaboratorních porovnávacích zkoušek (dále jen MPZ). Tato porovnávání mají i u nás bohatou tradici a například v oblasti zkoušek základních mechanických vlastností kovů se používají v celorepublikovém rozsahu již od roku 1963 [1]. Zatímco obdobnou tradici mají i MPZ v oblasti chemických analýz kovů existují dodnes oblasti zkoušení, ve kterých se MPZ začíná připravovat nebo provádět až v současné době [2,3].

1 Vývoj podmínek vyhodnocování MPZ

1.1 Vývoj podmínek vyhodnocování MPZ v Evropě

První evropská pravidla pro vyhodnocování výsledků MPZ zpracoval WELAC. Tato pravidla byla přejata do dokumentu EAL jako „Kritéria WELAC pro zkoušení způsobilosti v rámci akreditace“ pod označením EAL–G6 [4] a byla využívána až do doby nedávno minulé. Neuspokojivé výsledky po provedených MPZ jsou v těchto pravidlech popsány třemi kritérii uvedenými v bodě 4.2.3:

„V zásadě budou výsledky popsány jako neuspokojující, pokud vykáží významnou odchylku od hodnoty přiřazené vzorku. Při standardních statistických technikách a u výsledků s normálním rozdělením může být předpis pro významné odchylky následující:

1. výsledek je považován za zcela chybný leží-li mimo interval 3 s,
2. výsledky získané pro určitý parametr pro řadu vzorků v rámci jedné zkoušky způsobilosti leží mimo interval 2 s,
3. výsledky pro určitý parametr leží mimo interval 2 s v řadě po sobě jdoucích zkoušek způsobilosti majících stejný charakter.

Standardní odchylka s je vztažena k „mezilaboratorním“ rozdílům (reprodukovatelnost podle ISO 5725)“

1.2 Vývoj podmínek vyhodnocování MPZ v celosvětovém měřítku

Základním dokumentem pro hodnocení způsobilosti zkušebních a kalibračních laboratoří v celosvětovém měřítku byl dokument ISO/IEC, vypracovaný jako příručka pod označením ISO Guide 25 [5]. Tento dokument byl používán zejména v mimoevropských zemích i když k němu bylo přihlíženo i při zpracování dokumentu WELAC.

Souběžně s ISO Guide 25 bylo zpracováno první vydání Směrnice ISO/IEC Guide 43 [6].

Po roce 1995 se ukázala potřeba sjednocení evropských a celosvětových dokumentů a proto byly zahájeny práce v komisích ISO a IEC na revizi a novém návrhu směrnice ISO/IEC Guide 43-1. Při přípravě této směrnice byla využita řada dokumentů, které se týkají zkoušení způsobilosti vypracovaných ILAC, TC ISO 69, ISO REMCO, IUPAC, AOAC, ASTM a původních dokumentů WECC a WELAC. Návrh byl připomínkován členy CASCO a národními výbory IEC. Konečný návrh byl schválen na jednání ISO/CASCO, radou IEC pro publikace a vedením ISO/IEC. Směrnice byla vydána v roce 1997 pod označením ISO/IEC Guide 43-1 [7].

Pro činnosti Národních akreditačních orgánů v oblasti MPZ vydal ILAC dokument P 9 „Politika pro účast v národních a mezinárodních aktivitách v oblasti zkoušení způsobilosti a národní specifikace.“

1.2 Transformace mezinárodních dokumentů do českých dokumentů

Národní akreditační orgán České republiky vydal metodický pokyn pro akreditaci již v prosinci 1995 jako MPA 30-01-95 „Zkoušení způsobilosti laboratoří“. Tento metodický pokyn zapracoval významné odkazy některých dokumentů včetně EAL G-6.

V březnu 2004 byla vydána novela MPA 30-01-04 „Zkoušení způsobilosti“ [8], do které již byla zapracována z ISO/IEC Guide 43-1 i některá pravidla.

Zpracování dokumentu ILAC P 9 do českých normativních dokumentů provádí ČIA vydáním metodického pokynu MPA 30-03-06 „Politika ČIA pro účast v národních a mezinárodních aktivitách v oblasti zkoušení způsobilosti“ s předpokládaným vydáním v červenci 2006.

2 Pravidla pro provádění MPZ podle směrnice ISO/IEC Guide 43-1

2.1 Postup provádění MPZ

- výběr organizátora MPZ
- přihláška do Národního programu MPZ
- zařazení do Národního programu MPZ
- zajištění vhodného zkušebního materiálu
- provedení zkoušek homogenity
- audit organizátora MPZ
- jmenování pilotním pracovištěm
- provedení MPZ
- statistické vyhodnocení výsledků MPZ
- zpracování závěrečné zprávy a diplomů účastníkům MPZ
- seminář s vysvětlením zdrojů chyb
- předání zpráv a diplomů

2.2 Způsoby zpracování výsledků podle směrnice ISO/IEC Guide 43

Podle bodu A 2.1.4 jsou způsoby zpracování výsledků následující:

- a) přímé vyjádření rozdílů individuálních hodnot od vztažné hodnoty podle ISO 5725-4 nazývané „odhad odchylky laboratoře“

$$(x_i - X), \dots \quad (1)$$

- b) procentuální vyjádření rozdílů individuálních hodnot od vztažné hodnoty

$$\frac{(x - X) \cdot 100}{X}, \dots \quad (2)$$

- c) vyjádření výsledků v kvantilech nebo řadách, které je vhodné pro velmi rozptýlené nebo nesouměrně rozdělené soubory výsledků, řadové reakce nebo proces s existencí omezeného počtu různých reakcí. Podle bodu 6.6.5 se hodnocení laboratoří podle činnosti s uvedením pořadí při zkoušení způsobilosti nedoporučuje. Tato kvalifikace má být použita s mimořádnou opatrností neboť může být zavádějící a umožňuje nesprávný výklad.

- d) výpočet Z - skóre při vhodně stanovené nebo naměřené míře variability s, která je vybrána pro splnění požadavků daného programu

$$z = \frac{x - X}{s}, \dots \quad (3)$$

V praxi se často používá upravený vzorec pro Z – skóre vyhodnocením výsledků zkoušek robustní statistikou, jak aplikoval například WOZNIAK [9]

$$Z = \frac{x_i - \tilde{x}}{IQR_{norm}} \dots \quad (4)$$

kde:

$$IQR_{norm} = (Q3 - Q1) * 0,7413 \dots \quad (5)$$

- e) hodnota E_n , zpravidla používaná v programech porovnávacích měření se vypočítá z rovnice zahrnující nejistotu výsledků účastníků U_{lab} a nejistotu vztažné hodnoty U_{ref} stanovenou referenční laboratoří

$$E_n = \frac{x - X}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}}, \dots \quad (6)$$

2.3 Kriteria vyhodnocení výsledků MPZ

Kriteria uvedená v příloze A směrnice ISO/IEC Guide 43 jsou pouze informativní na rozdíl od kritérií v EAL G – 6, která byla závazná.

2.3.1 Kriterium pro vyhovující výsledky stanovené metodou klasické statistiky podle podmínek EAL G–6:

- mezní hranice pro vyhovující jednotlivé výsledky: vztažná hodnota $\pm 3.s$
- mezní hranice pro vyhovující průměry výsledků: vztažná hodnota $\pm 2.s$

2.3.2 Kriterium pro výsledky statistického hodnocení je uvedeno v ISO/IEC Guide 43 tak, že:

➤ pro Z – skóre:

$$|z| \leq 2 = \text{uspokojivé} \dots\dots\dots (7)$$

$$2 < |z| < 3 = \text{sporné} \dots\dots\dots (8)$$

$$|z| \geq 3 = \text{neuspokojivé} \dots\dots\dots (9)$$

➤ pro hodnotu E_n :

$$|E_n| \leq 1 = \text{uspokojivé} \dots\dots\dots (10)$$

$$|E_n| > 1 = \text{neuspokojivé} \dots\dots\dots (11)$$

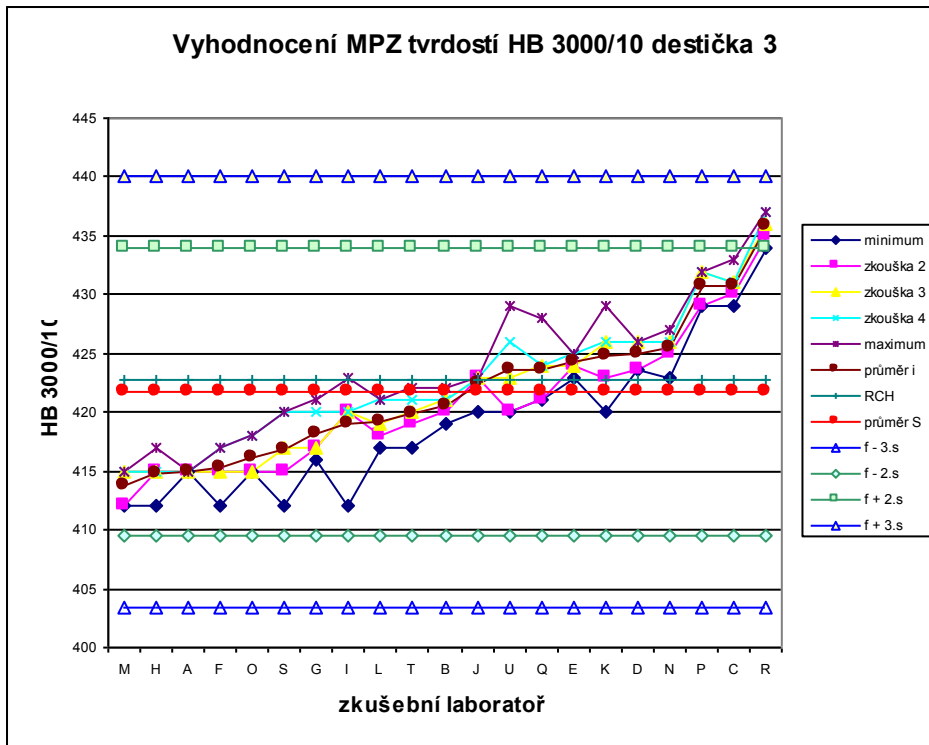
➤ Kriterium shody účastníků určuje, že rozsah skóre nebo výsledků daných určitým procentem účastníků nebo referenční skupinou:

- ❖ středové procentuální množství (80%, 90% nebo 95%) je uspokojivé nebo
- ❖ jednostranné procentuální množství (nižší než 90%) je uspokojivé

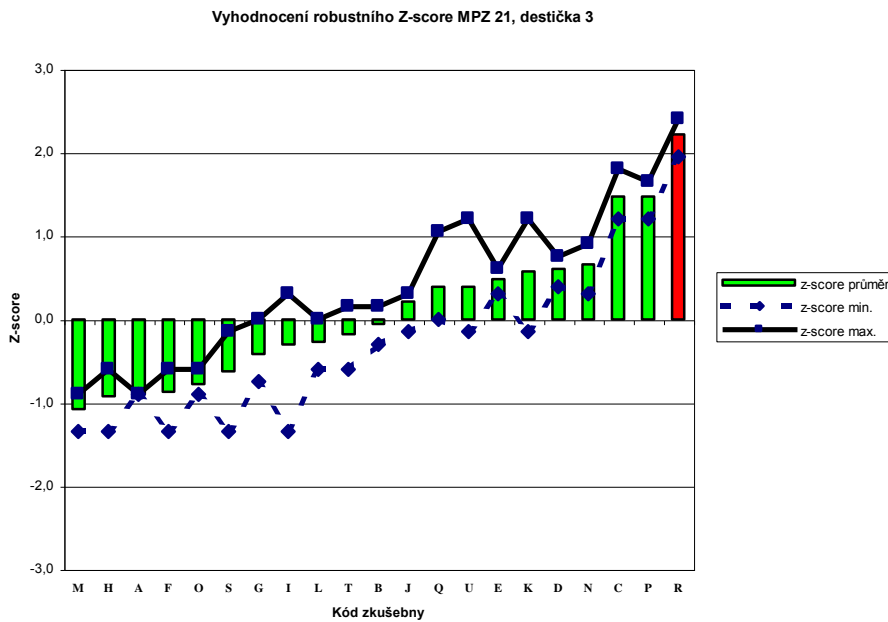
3 Příklady

Jako příklady hodnocení byly vybrány zpracované výsledky z MPZ SČZL JTC 21/2005 „Zkoušky tvrdosti podle Brinella“ pro jednu tvrdoměrnou destičku zpracované podle evropských podmínek, obr. 1 a podle podmínek ISO/IEC, obr. 2.

Z porovnání je zřejmé, že i rozdílné podmínky přinesly stejné výsledky, ale podmínky z ISO/IEC jsou přísnější, proto se musí přihlídnout u výsledku ZL „R“ k dodatku hodnocení, viz bod 2.3.2 poslední odrážka.



Obr. 1 Vyhodnocení výsledků MPZ SČZL JTC 21 podle EAL G-6



Obr. 2 Vyhodnocení výsledků MPZ SČZL JTC 21 podle ISO/IEC Guide 43-2 [9]

4 Závěr

Přechodem z podmínek hodnocení MPZ podle evropských pravidel na pravidla světová:

- byly rozšířeny možnosti vyhodnocování na pět základních způsobů
- byla stanovena kritéria vyhovujících výsledků u hodnocení pomocí Z-skóre a pro hodnotu E_n
- došlo ke zjednodušení organizace a vyhodnocování mezinárodních mezilaboratorních zkoušek

5 Související literatura

- [1] Mezilaboratorní porovnání výsledků nevýrazných mezí kluzu u vzorků z plechů výrobných z austenitických ocelí. Zpráva COSK „Zkoušky základních mechanických vlastností kovů“. Praha, 1963
- [2] Mezilaboratorní porovnávací zkoušky tečení. MPZ SČZL 20/2004.
- [3] Mezilaboratorní porovnávací zkoušky únavy. MPZ SČZL 22/2004 – v přípravě
- [4] EAL G-6: Kritéria WELAC pro zkoušení způsobilosti. ČIA Praha, říjen 1996
- [5] ISO/IEC Guide 25 - 1990 „Všeobecné požadavky na způsobilost kalibračních a zkušebních laboratoří.“ Překlad ÚNMZ Praha, 1990
- [6] ISO Guide 43 –1984 „Zkoušení způsobilosti pomocí mezilaboratorních porovnávacích zkoušek“
- [7] ISO/IEC Guide 43-1- 1997 „Zkoušení způsobilosti pomocí mezilaboratorních porovnání“. Překlad SČZL 1997
- [8] MPA 30-01-04 – 2004. „Zkoušení způsobilosti“ ČIA Praha, březen 2004
- [9] WOZNIAK J.: Vyhodnocování výsledků MPZ metodou robustní statistiky. Zpráva SČZL Ostrava, 1995