

Draft Eurolab report:

Mätosäkerhet vid provning

En kort introduktion om hur man karakteriserar noggrannhet och pålitlighet hos resultat inklusive en förteckning över användbara referenser

Rapporten utgör på 18 sidor en uttömmande introduktion i fem kapitel till området mätosäkerhet vid provning. Dessutom ingår som kapitel sex en litteratursammanställning angående mätosäkerhet på 5 sidor. Hänvisning görs på flera ställen till kraven i ISO/IEC 17025. Man slår fast att ISO-GUM utgör det principiella huvuddokumentet vid skattning/beräkning av mätosäkerhet men hänvisar även till ISO 5725. I förordet uttrycker man åsikten, att rapporten är tänkt som hjälp för oerfarna snarare än för experter, varför den nödvändigtvis förenklar vissa ämnen något. Rapporten är dessutom ”draft”, vilket innebär att den ännu inte är slutgiltig. Man tänker komplettera beskrivningen med ännu fler lösta exempel från olika områden i den slutgiltiga rapporten.

Kapitel 1 tar upp aspekter på mätosäkerhet genom att kortfattat besvara 6 ställda frågor:

- Vad är mätosäkerhet?
- Vem behöver uppgift om mätosäkerhet?
- Varifrån kommer mätosäkerhet vid provning?
- Vem behöver ange mätosäkerhetsuppgifter?
- Hur kan man få reda på (skatta / beräkna) mätosäkerheten?
- Hur uttrycker man och anger mätosäkerheten?

Genom att bara läsa svaren till de ställda frågorna får man en god inblick i området.

Kapitel 2 behandlar bestämning av mätosäkerhet – tillvägagångssätt för skattning av mätosäkerhet i praktiken. Här slår man först och främst fast, att ett laboratorium som har ett bra kvalitetsledningssystem endast bör behöva anstränga sig minimalt för att kunna ange mätosäkerheten för ett resultat.

Principerna för korrekt tillämpning av mätosäkerheter ges i ISO-GUM med grunderna via sitt i detalj beskrivna matematiskt/analytiska tillvägagångssätt att i 8 specifika steg bestämma och rapportera mätosäkerheten. Vidare rekommenderas som vägledning EURACHEM/CITAC-guiden för analytiska kemister, en EA-guide med exempel från kalibreringsområdet samt ett ”strategy paper” från ILAC.

Man framhåller dock, att man oftast vid skattning av mätosäkerhet i praktiken, bör starta med att se efter vilka uppgifter som redan finns tillgängliga. Med hjälp av tidigare valideringsdata innefattande t.ex. provningsjämförelser i samband med prestandastudier av en ny metod, data från egna kontrolldiagram inom laboratoriet, data från provningsjämförelser (av typen ”proficiency testing”) som laboratoriet deltagit i eller data via expertbedömningar kan ofta arbetet förenklas avsevärt. Det gäller att inte överarbeta. För många provningslaboratorier är det matematiskt/analytiska tillvägagångssätt med sina 8 specifika steg med genomförande av många mät försök för varje osäkerhetskälla och inkluderande en del komplexa matematiska ekvationer för beräkningarna av mätosäkerheten inte ett effektivt tillvägagångssätt eller ibland inte ens möjligt att genomföra. I stället bör de alternativa vägarna som beskrivits ovan prövas.

Kapitel 3 beskriver det matematiskt/analytiska tillvägagångssättet med sina 8 steg enl. ISO-GUM. På fyra sidor sammanfattas huvudprinciperna med skattning/beräkning av osäkerheter av Typ A via statistiska metoder och skattning/beräkning av osäkerheter av Typ B via andra källor samt hur man sammanväger alla enskilda standardosäkerheter till en beräknad, kombinerad mätosäkerhet för att slutligen ange den expanderade mätosäkerheten med en lämplig täckningsfaktor (t.ex. $k = 2$) tillsammans med resultatet vid rapporteringen.

Kapitel 4 behandlar fyra olika lösta exempel på skattning/beräkning av mätosäkerhet.

Ex 4:1 visar skattning av mätosäkerheten för bestämning av sulfat i avloppsvatten enl. en standardmetod med jonkromatografi baserat på laboratoriedata från en genomförd provningsjämförelse (proficiency testing) i vilken laboratoriet hade deltagit med godkänt resultat.

Ex 4:2 upptar användning av data ur egna kontrolldiagram för skattning av mätosäkerheten för samma metod.

Ex 4:3 visar skattning av mätosäkerheten för samma standardmetod (ISO 10304-2) med utgångspunkt från de valideringsdata som finns angivna i standardmetoden. Dessa data, som bygger på resultaten från en interlaborativ provningsjämförelse, visar att standardavvikelsen under reproducerbarhetsbetingelser (s_R) var 6,1 % av halten eller 6,1 mg/L vid 100 mg/L. Här tar man direkt $s_R = u_{\text{combined}} = 6,1 \text{ mg/L}$ som ett mått på ”overall uncertainty”, vilken inkluderar steg 3 och steg 6 enl. ISO-GUM (steg 1-2 och steg 4-5 ingår i data från studien). Steg 7 innebär att multiplicera med täckningsfaktorn k och steg 8 är själva rapporteringen. Man följer alltså på detta sätt intentionerna i ISO-GUM utan att på nytt behöva göra de omfattande försöken och beräkningarna.

Ex 4:4 utgör ett förenklat exempel ur EURACHEM/CITAC-guiden på det fullständiga matematiskt/analytiska tillvägagångssättet med alla 8 stegen enl. ISO-GUM.

Kapitel 5 innehåller slutsatser och sammanfattande kommentarer.

Kapitel 6 är en litteratursammanställning ang. mätosäkerhet.

Rapporten är en mycket bra och värdefull introduktion till ”Mätosäkerhet vid provning” och sammanfattar på ett bra och överskådligt sätt hur man bör och kan gå tillväga för att hitta rätt inom detta ganska svårnavigerade område – vare sig man är oerfaren eller expert.