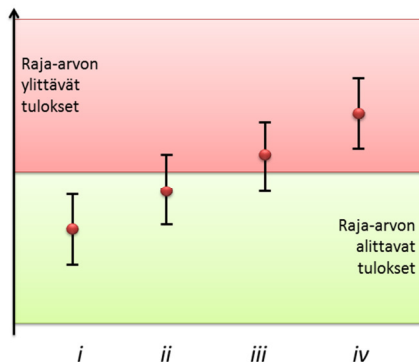


Epävarmuustiedon käyttö vaatimustenmukaisuuden arvioinnissa

Tässä esitteessä kerrotaan Eurachem/CITAC oppaan käytöstä
laatuvaatimusten tai määräysten täyttymisen arvioinnissa

Johdanto

Kun tuloksia käytetään päätöksentekoon, esimerkiksi arvioitaessa tuotteiden laatuvaatimusten tai määräysten täyttymistä, täytyy testaustulosten mittausepävarmuus ottaa huomioon. Vaatimustenmukaisuuden arviointi kuvan 1 tapauksissa *i* ja *iv* on selkeä: mittaustulokset mittausepävarmuus huomioituna ovat selvästi yli tai alle raja-arvon. Tapauksissa *ii* ja *iii* päätös ei ole selvä, sillä epävarmuusväli menee päällekkäin raja-arvon kanssa. Eurachem/CITAC oppaassa [1] annetaan opastusta tapauksiin *ii* ja *iii*.



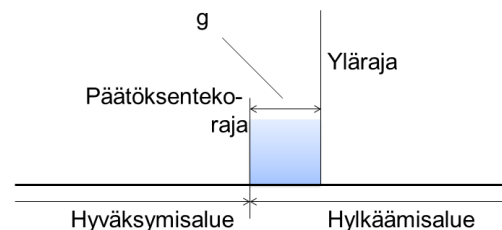
Kuva 1. Testitulokset mittausepävarmuuksineen suhteessa raja-arvoon.

Tarvitsemme hyväksymis- ja hylkäämisalueet

Kun arvioidaan, ovatko tulokset vaatimusten mukaisia tapauksissa *ii* ja *iii*, tarvitaan päätöksentekosääntö (decision rule), joka perustuu niihin riskeihin, jotka liittyvät väärän päätöksen tekemiseen. Tämä päätöksentekosääntö mahdollistaa turva-alueen (guard band) laskemisen (katso kuva 2), joka määrittelee hyväksymis- ja hylkäämisalueet (acceptance zone, rejection zone).

Jos mittaustulos on hyväksymisalueen sisällä, vaatimukset täyttyvät ja tuloksen voidaan arvioida olevan vaatimusten mukainen. Jos mittaustulos on hylkäämisalueella, tuloksen voidaan arvioida olevan vaatimusten vastainen. Näiden kahden alueen yhtymäkohtaa kutsutaan päätöksentekorajaksi (decision limit), katso kuva 2.

Turva-alue valitaan siten, että todennäköisyys hyväksymisalueella olevan mittauksen väärälle hyväksymiselle/hylkäämiselle on pienempi tai yhtä suuri kuin määritelty luottamustason arvo α .



Kuva 2. Turva-alue (g), päätöksentekoraja (decision limit), hyväksymis- ja hylkäämisalueet (acceptance zone, rejection zone).

Päätöksentekoon tarvittava tieto

Seuraavia tietoja tarvitaan päätöksen tekemiseksi

- Mittaussuure, joka on selkeästi määritelty
- Analyysitulostulos/mittaustulos
- Mittausepävarmuus – Laajennettu mittausepävarmuuden kattavuuskerroin (k) ja sitä vastaava luottamustaso tulisi olla ilmoitettu; esimerkiksi $k = 2$ 95% luottamustasolla.
- Lupaehdosta tai laatuvaatimuksesta tuleva ylempi ja/tai alempi raja-arvo
- Päätöksentekosääntö

Turva-alue lasketaan mittausepävarmuuden ja päätöksentekosääntö perusteella. Hylkäämis- ja hyväksymisrajat lasketaan raja-arvon ja päätöksentekosääntö avulla – Katso kuva 2.

Kolme esimerkkiä

Esimerkki 1 – Tapaus *ii* Kuvassa 1; Ylempi raja-arvo ja päätöksentekosääntö oikealle hyväksymiselle.

Vedenpuhdistuslaitoksen tuottamaa liettä voidaan käyttää maanparannusaineena. Lietteessä voi kuitenkin olla myrkyllistä kadmiumia. Sen kokonaispitoisuuden ylärajaksi lietteessä on asetettu 2 mg/kg.

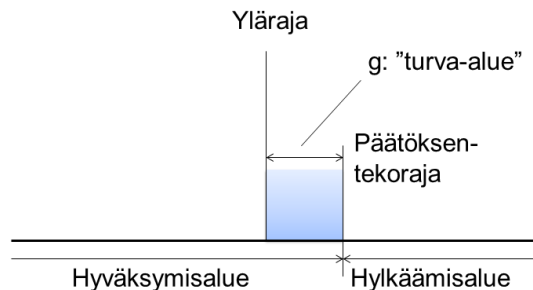
- Mittaussuure – Kadmiumin, Cd, pitoisuus (massafraktio) asiakkaalle toimitetussa näyteerässä
- Analyysitulos – Kadmiumin pitoisuus = 1,82 mg/kg
- Mittausepävarmuus – $U = 0,20$ mg/kg, $k = 2$ (95 %).
Standardiepävarmuus, $u = 0,10$ mg/kg. Epävarmuus sisältää sekä näytteenoton että analyttisen epävarmuuden.
- Laatuvaatimus/raja-arvo – Ylin sallittu pitoisuus on 2,0 mg/kg
- Päätöksentekosääntö – *Päätöksentekoraja on pitoisuus, jossa voidaan luottamustasolla n. 95 % ($\alpha = 0,05$) sanoa, että näyte-erän Cd-pitoisuus on alle raja-arvon.*
- Lasketaan turva-alue kaavalla $1,65 \cdot u = 0,165$ mg/kg – (tapaus 1 oppaassa [1]; k -arvo 1,65 saadaan yksisuuntaisen t-testisuureen arvosta 95 % luottamustasolla. Päätöksentekoraja on $2 - 0,165 = 1,84$ mg/kg. Kaikki tulokset tämän arvon alapuolella ovat hyväksymisalueella. Kaikki arvot, jotka ovat samoja tai suurempia kuin päätöksentekoraja ovat hylkäämisalueella – katso Kuva 2. Esimerkin lietenäytteen kadmiumpitoisuus on lupa-ehojen mukainen.

Esimerkki 2 - Tapaus iii Kuvassa 1 – Ylempi raja-arvo ja päätöksentekosääntö oikealle hylkäämiselle

Laissa on tärkeää, ettei syytöntä henkilöä rangaista. Päätöksentekoraja voidaan asettaa siten, että mahdollisuus syyttömän rankaisuun pienenee. Seuraavassa on esimerkki veren alkoholin (etanolin) mittauksesta näytteestä, joka on otettu Ruotsissa kuljettajalta, jonka puhalluskoe oli positiivinen.

- Mittaussuure – Etanolin pitoisuus (massafraktio) laboratorioon toimitetussa verinäytteessä
- Analyysitulos – Etanolin pitoisuus = 0,221 mg/g
- Mittausepävarmuus – $U = 0,013$ mg/g, $k = 2$ (95 %).
Standardiepävarmuus, $u = 0,0065$ mg/g [1]. Epävarmuus sisältää sekä näytteenoton että analyttisen epävarmuuden.
- Laki/vaatimus – Ylin sallittu pitoisuus 0,200 mg/g
- Päätöksentekosääntö – *Päätöksentekoraja on pitoisuus, jonka yläpuolella voidaan todeta n. 99,9 % ($\alpha = 0,001$) luottamustasolla, että sallittu raja-arvo on todella ylittynyt.*
- Lasketaan turva-alue kaavalla $3,10 \cdot u = 0,020$ mg/g – (tapaus 1 oppaassa [1]; k -arvo 3,10 saadaan yksisuuntaisen t-testisuureen arvosta 99,9 % luottamustasolla). Päätöksentekoraja on 0,200 +

0,020 = 0,220 mg/g. Kaikki tulokset tämän arvon alapuolella ovat hyväksymisalueella (eli hyväksytään, että tulos ei oikeuta väittämään raja-arvon ylittyneen). Kaikki arvot, jotka ovat samoja tai suurempia kuin päätöksentekoraja ovat hylkäämisalueella – katso Kuva 3.



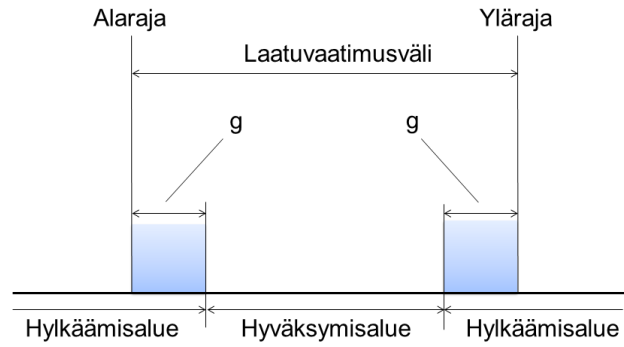
Kuva 3 – Turva-alue (g), päätöksentekoraja sekä hyväksymis- ja hylkäämisalueet, jotka perustuvat ylempään raja-arvoon ja päätöksentekosääntöön oikealle hylkäämiselle korkealla luottamustasolla.

Esimerkki 3 - Tapaus ii Kuvassa 1 – alempi ja ylempi raja-arvo ja päätöksentekosääntö oikealle hyväksymiselle

Teräksen valmistuksessa nikkelin pitoisuus täytyy olla tietyn tyyppisessä ruostumattomassa teräksessä välillä 16,0 ja 18,0 % w/w.

- Mittaussuure – Nikkelin, Ni, pitoisuus (massafraktio) asiakkaalle toimitettavassa teräksessä
- Analyysitulos – Nikkelin pitoisuus = 16,1 %
- Mittausepävarmuus – $U = 0,2$ % (paino-%) Ni, $k = 2$ (95 %).
Standardiepävarmuus, $u = 0,1$ %. Epävarmuus sisältää sekä näytteenoton että analyttisen epävarmuuden.
- Laatuvaatimus – Alin sallittu pitoisuus 16,0 %. Ylin sallittu pitoisuus 18,0 %.
- Päätöksentekosääntö – *Päätöksentekoraja on pitoisuus, jossa voidaan noin 95 % ($\alpha = 0,05$) luottamustasolla päättää, että näyte-erän pitoisuus ylittää laatuvaatimuksen alarajan ja alittaa ylärajan.*
- Molemmat turva-alueet lasketaan kaavalla $1,65 \cdot u = 0,17$ % – (tapaus 1b oppaassa [1]; k -arvo 1,65 saadaan yksisuuntaisen t-testisuureen arvosta 95 % luottamustasolla). Päätöksentekorajat ovat 16,17 % ja 17,83 %. Kaikki tulokset näiden arvojen välissä ovat hyväksymisalueella – katso kuva 4.

[1] Eurachem/CITAC Guide Use of uncertainty in compliance assessment, 2007, www.eurachem.org.



Kuva 4 – Turva-alueet (g), päätöksentekorajat ja hyväksymisalue sekä kaksi hylkäämisaluetta, jotka on arvioitu alemmasta ja ylemmästä laatuvaatimuksen raja-arvosta sekä päätöksentekosäännöstä oikealle hyväksymiselle korkealla luottamustasolla.