

Enhancing Selectivity of the PDMS Phase. Aplikční list fy Gerstel, 2/2001  
[15] David, F., Sandra P., Hoffmann, A., Harms, D., Nietzsche, F.: Elucidation of the Hoppy Aroma in Beers by Stir Bar and Headspace Sorptive Extraction Followed by Thermal Desorption – CGC – MS/PFPD.

Aplikční list fy Gerstel, 4/2001  
[16] Harms, D., Nietzsche, F., Hoffmann, A., David, F., Sandra, P.: The Analysis of the Bitter and Other Flavour Compounds in Beer and Wort by Stir Bar Sorptive Extraction (SBSE) Followed by HPLC. Aplikční list fy Gerstel, 5/2001

*Zpracováno na základě přednášky uvedené na 3. Mezinárodní pivovarnické a sladovnické konferenci v Bratislavě 10. – 12. 4. 2002  
Do redakce došlo 6. 5. 2002*

**Horák, T. – Čulík, J. – Jurková, M. – Čejka, P. – Kellner, V.: Nové trendy v přípravě vzorků pro analýzu senzoricky aktivních látek v pivo. Kvasný Prum. 48, 2002, č. 7–8, s. 186–188.**

K nejpoužívanějším metodám pro přípravu vzorků piva k analýze senzoricky aktivních látek patří destilace s vodní párou nebo extrakce v systému kapalina-kapalina. Dominantním trendem posledních let v analytické chemii byla miniaturizace jako výsledek stále stoupajících požadavků na rychlost a spolehlivost analytických metod společně s ekonomickými aspekty. K typickým příkladům miniaturizace v přípravě vzorků patří extrakce na pevné fázi (SPE), mikroextrakce na pevné fázi (SPME) a nejnověji i sorpční extrakce na míchací tyčince (SBSE).

Na konkrétních příkladech jsou demonstrovány možnosti využití těchto nových způsobů přípravy vzorků pro analýzu senzoricky aktivních látek v pivo. U všech výše zmíněných metod jsou diskutovány jejich přednosti, ale i nedostatky.

**Horák, T. – Čulík, J. – Jurková, M. – Čejka, P. – Kellner, V.: New Trends in Sample Preparation Methods for the Determination of Flavour Compounds in Beer. Kvasný Prum. 48, 2002, No. 7–8, pp. 186–188.**

The most popular sample preparation methods for the determination of flavour compounds in beer are usually based on steam distillation or liquid-liquid extraction. During the past years, miniaturisation has become

a dominant trend in analytical chemistry as a result of increasing demands on faster and valid analysis together with economical aspects. Typical examples of miniaturisation in sample preparation techniques are solid-phase extraction (SPE), solid-phase microextraction (SPME) and the latest technique stir bar sorptive extraction (SBSE).

The possible using of these new sample preparation methods for the determination of flavour compounds in beers are demonstrated on the specific examples. The benefits and also disadvantages of all mentioned techniques are discussed.

**Horák, T. – Čulík, J. – Jurková, M. – Čejka, P. – Kellner, V.: Neue Trends in der Probenaufbereitung für die Analyse sensorisch aktiver Stoffe im Bier. Kvasný Prum. 48, 2002, Nr. 7–8, S. 186–188.**

Zu den am meisten applizierten Methoden zur Aufbereitung von Bierproben zur Analyse der sensorisch aktiven Substanzen gehört die Destillation mit Wasserdampf oder Extraktion im System Flüssigkeit-Flüssigkeit. Der dominierende Trend der letzten Jahre in der analytischen Chemie war die Miniaturisierung als Ergebnis der stets wachsenden Anforderungen an die Geschwindigkeit und Verlässlichkeit der analytischen Methoden zusammen mit ökonomischen Aspekten. Zu den typischen Beispielen der Miniaturisierung in der Probenaufbereitung gehört die Extraktion auf fester Phase (SPE), Mikroextraktion auf fester Phase (SPME) und

neuestens auch die Sorptions-Extraktion auf dem Mixstäbchen (SBSE).

Auf konkreten Beispielen werden die Möglichkeiten der Anwendung dieser neuen Verfahren zur Aufbereitung der Proben für die Analyse sensorisch aktiver Substanzen im Bier demonstriert. Bei allen oben angeführten Methoden werden nicht nur ihre Vorteile, sondern auch die Nachteile diskutiert.

**Горак, Т. – Чулик, Я. – Юркова, М. – Чейка, П. – Келлер, В.: Новые тренды в подготовке образца для анализа сенсорически активных веществ в пиве. Кvasný Prum. 48, 2002, No. 7–8, стр. 186–188.**

Частейшим методом для подготовки образца для анализа сенсорически активных веществ в пиве является дистилляция водяным паром или экстрагирование в системе жидкость-жидкость. Главным трендом последнего времени в аналитической химии была миниатюризация как результат непрерывно нарастающих требований на скорость и надежность аналитических методов вместе с экономическими аспектами. Типичным примером миниатюризации в подготовке образца являются экстрагирование на твердую фазу (SPE), микроэкстрагирование на твердую фазу (SPME) и самое новейшее – сорбционное экстрагирование на мешиную палочку (SBSE).

На конкретных примерах указаны возможности использования этих новых способов подготовки образца для анализа сенсорически активных веществ в пиве. У всех указанных методов обсуждаются их преимущества и недостатки.

## NEJISTOTA MĚŘENÍ – JEJÍ STANOVENÍ A INTERPRETACE

### UNCERTAINTY IN MEASURING – ITS ASSESSMENT AND INTERPRETATION

JIRÍ ČULÍK, PAVEL ČEJKA, VLADIMÍR KELLNER, MARIE JURKOVÁ, TOMÁŠ HORÁK, Pivovarský ústav Praha, VÚPS a. s., Lípová 15, 120 44 Praha 2

**Klíčová slova:** nejistota měření, validace metod, interpretace výsledků

**Keywords:** uncertainty, validation of methods, interpretation of results

Fenomémem, se kterým se budeme nyní a nepochybně i v budoucnu setkávat stále častěji, a který se již stal nedílnou součástí certifikátů vydávaných akreditovanými laboratořemi, je **údaj o nejistotě měření**. Zlí jazykové tvrdí, že vyjadřování nejistoty měření je božím trestem analytickým chemikům za zpupnost, s jakou často prezentovali své výsledky. Ve skutečnosti se však jedná o velmi praktický údaj, který velmi mnoho napoví o kvalitě výsledku a usnadní jeho další interpretaci.

#### 1 ZÁKLADNÍ LEGISLATIVNÍ POŽADAVKY

Evropská norma EN ISO/IEC 17025

(Všeobecné požadavky na způsobilost zkušebních a kalibračních laboratoří) [1], článek 5.4.6. **vyžaduje, že zkušební laboratoře musí používat postupy pro odhad nejistoty měření.** Při odhadování nejistoty musí být přitom za použití vhodných metod analýzy vzaty v úvahu všechny složky nejistoty, které jsou v dané situaci důležité.

Dále norma požaduje, aby zkušební protokoly obsahovaly:

- „údaj o nejistotě měření (kde je to potřebné)“ a současně v bodě 5.10.3.1. stanovuje, že
- „informace o nejistotě je v protokolech o zkouškách vyžadována, pokud je nutná platnost nebo použití vý-

*sledků zkoušky, pokud to zákazník ve svých pokynech požaduje nebo má-li nejistota vliv na soulad s mezní hodnotou danou specifikací“.*

Návody k určení nejistoty jsou uvedeny v řadě publikací [2–14].

Důvody pro stanovení hodnoty nejistoty jsou následující:

- Nejistota výsledku je kvantitativním znakem jeho jakosti.
- Vyjádření nejistoty výsledku dovoluje porovnání výsledků různých laboratoří (nebo v rámci jedné laboratoře), nebo jejich porovnání s referenčními hodnotami danými specifikacími nebo normami. Tato informace může



- často zabránit i zbytečnému opakování zkoušek,
- c) zákazník často potřebuje zvážit v rámci interpretace výsledků jejich nejistoty. Například v případě, že nebylo možné porovnat pozorované rozdíly u různých dávek materiálu pomocí nejistot výsledků, není možné prokázat skutečné rozdíly v jeho vlastnostech,
- d) určení hodnot jednotlivých složek nejistoty (včetně složky způsobené náhodným vlivem pracovníků), které se podílejí na celkové nejistotě výsledku zkoušky, poskytuje prostředky pro stanovení, zda zkušební postup umožňuje platné měření a získání platných výsledků,
- e) z toho dále plyne možnost zvážit, zda zjištěné složky nejistoty neindikují nutnost zlepšit postupy měření.

## 2 ZÁKLADNÍ POJMY

Než se budeme věnovat vlastnímu stanovení nejistot, je nutné si ujasnit následující pojmy:

**Výsledek zkoušky (Test result)** – hodnota určité charakteristiky, získaná použitím konkrétní zkušební metody (může mít i více složek, např. uvedení mediánu, výběrové směrodatné odchytky apod.).

**Chyba výsledku (Error of result)** – rozdíl mezi výsledkem zkoušky a dohodnutou referenční hodnotou pro měřenou veličinu (etalon, certifikovaný referenční materiál(CRM)). Těsnost souhlasu mezi jediným výsledkem měření a dohodnutou referenční metodou je nazývána **správnost (Accuracy)**.

**Pravdivost (Trueness)** – vyjadřuje těsnost souhlasu mezi získanou průměrnou hodnotou a dohodnutou referenční hodnotou.

**Skutečná hodnota (True value)**, tj. hodnota získaná dokonalým (ideálním) měřením.

**Mírou pravdivosti je odchylka (Bias)**, což je vychýlení výsledku například od dohodnuté referenční hodnoty, neboť pravdivý výsledek je zatížen nulovou systematickou chybou. Odchylka charakterizuje celkovou systematickou chybu měření.

**Přesnost (Precision)** naproti tomu charakterizuje míru rozptýlení výsledků zkoušky vlivem náhodných chyb a nemá vztah ke skutečné hodnotě. Většinou je vyjadřována některou z výběrových charakteristik **rozptýlení** jako **výběrová směrodatná odchylka, rozpětí** atd.)

Shrnutí řečeného podává *obr. 1*.

Protože lze práci analytického chemika přirovnat ke střelbě střelce na terč, lze na *obr. 2* demonstrovat, co rozumíme správností a přesností. Správná a přesná střelba je pouze ta, která vykazuje minimální odchylku a rozptyl. Nicméně je zřejmé, že ani olympijský vítěz vždy netrefí střed terče. Jak tedy mezi sebou porovnat kvalitu jednotlivých střelců? Střed sice zasáhl dva, ale pouze u jednoho lze předpokládat, že jej trefí s vysokou pravděpodobností.

**Nejistota měření (Uncertainty)**, tedy vymezuje hranice, v nichž je výsledek považován za správný, tj. pravdivý a přesný. V praxi se setkáváme s následujícími pojmy:

**Standardní nejistota měření  $u(x_i)$**  – nejistota výsledku vyjádřená jako výběrová směrodatná odchylka souboru výsledků měření.

Protože se však měření sestává z více kroků, vyjadřuje se celková dosažená nejistota jako **kombinovaná standardní nejistota  $u_c(y)$** . S ohledem na teorii šíření (propagace chyb) lze kombinovanou standardní nejistotu vypočítat ze vztahu:

$$u_c(y) = \sqrt{u^2(x_1) + u^2(x_2) + \dots + u^2(x_i)}$$

V běžné praxi je však nejistota měření vyjadřována jako dvojnásobek kombinované standardní nejistoty, tj. jako **rozšířená nejistota měření – U**

$$U = k \cdot u_c(y)$$

kde k ...koeficient rozšíření

$u_c$  ..... kombinovaná nejistota

k je dáno konvencí – pro hladinu pravděpodobnosti  $P = 95\%$  je  $k = 2$

Na protokolech o zkoušce jsou výsledky zpravidla uváděny následujícím způsobem:

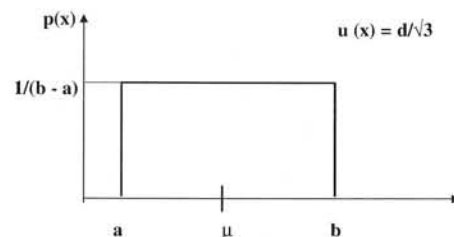
Výsledek = (průměrná hodnota  $\pm$  interval spolehlivosti průměrné hodnoty), tj. např.

Celkový dusík =  $(3,52 \pm 0,14) \% \text{ hm.}$

kde je interval spolehlivosti průměrné hodnoty roven rozšířené nejistotě měření U a vymezuje takový rozsah hodnot, který zaručuje, obvykle s 95% pravděpodobností, že v případě opakované analýzy padne hodnota stanovení opět do tohoto intervalu.

Pro úplnost je zde nutné uvést, že lze nejistoty s ohledem na způsob jejich vyhodnocení dělit na dvě skupiny.

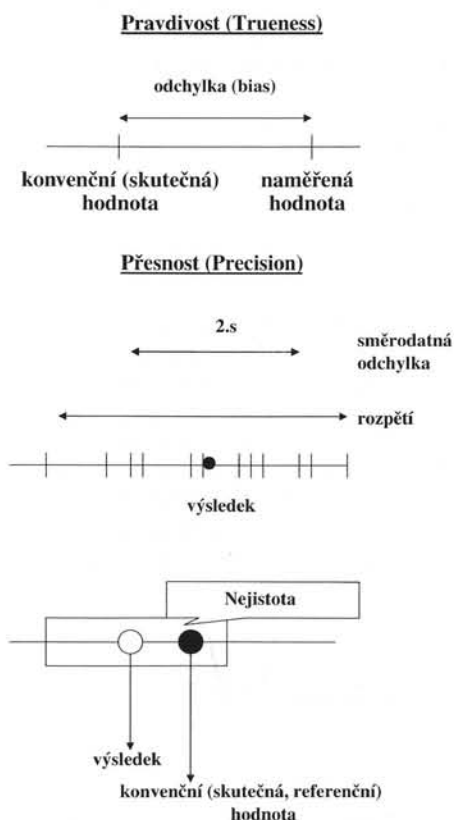
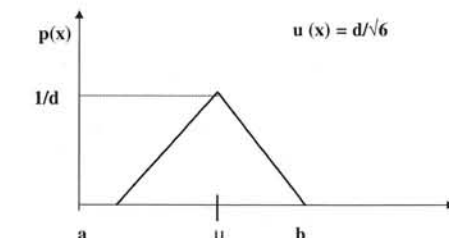
Uniformní (rektangulární) rozdělení



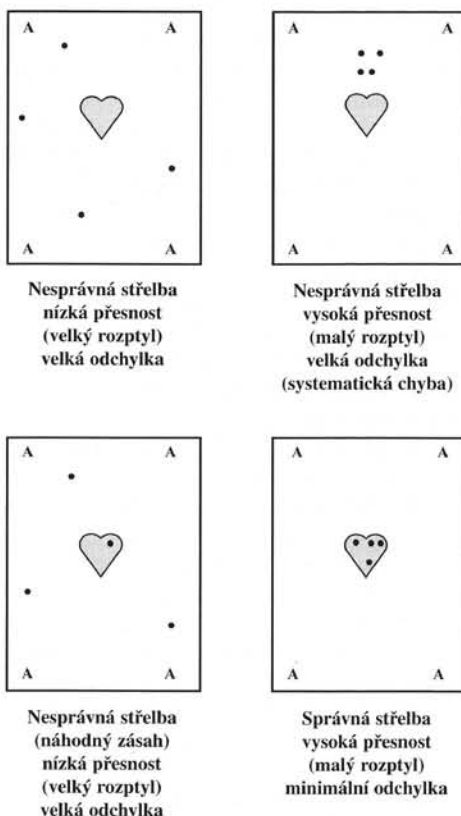
kde  $p(x)$  je hustota pravděpodobnosti uniformního rozdělení intervalu  $\langle a, b \rangle$

a, b jsou meze, uvnitř nichž leží hodnota měřené veličiny s pravděpodobností rovnou jedné  $d = (b - a)/2$

Trojúhelníkové (triangulární) rozdělení



Obr. 1



Obr. 2 Správnost a přesnost

Obr. 3 Frekvenční funkce rozdělení

V prvním případě hovoříme o způsobu vyhodnocení **nejistot typu A**, tj. o vyhodnocení náhodných vlivů statistickým vyhodnocením opakovatelnosti (experiment lze opakovat).

V druhém případě se jedná o vyhodnocení **nejistot typu B**, tj. o takové vyhodnocení, které nelze provést výhradně ze statistického rozdělení výsledků série měření. V tomto případě sice často využíváme vypočtenou výběrovou směrodatnou odchylku, ale vycházíme z předpokládaného rozdělení pravděpodobnosti na základě získaných informací (obr. 3). Klasickým případem je například odhad nejistoty způsobené kolísáním teploty místnosti, kdy předpokládáme rovnoměrné (rektangulární) rozdělení. Naopak při odhadu nejistoty způsobené nepřesnostmi objemu odměrného nádobí předpokládáme rozdělení trojúhelníkové (triangulární). Lze tedy říci, že zde spíše než o posouzení, zda je výsledek ovlivněn systematickými nebo náhodnými vlivy, jde o zvolený metodický přístup.

### 3 ZPŮSOB STANOVENÍ NEJISTOTY

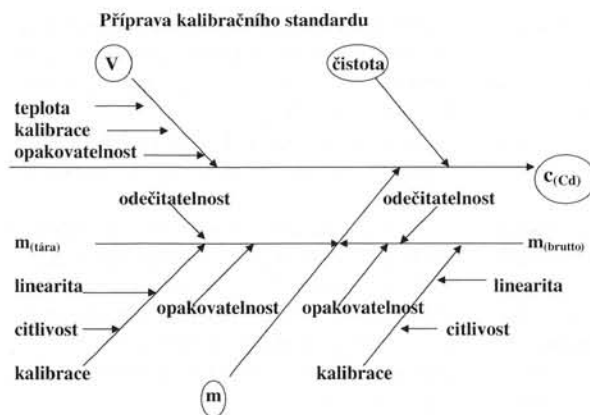
Obecný postup při stanovení nejistot je znázorněn na obr. 4.

Specifikací měřené veličiny rozumíme jasnou a jednoznačnou formulaci jak předmětu měření, tak kvantitativního vztahu vyjadřujícího závislost hodnoty měřené veličiny na vstupních parametrech. Tyto informace musí být součástí standardního operačního postupu (SOP), podle kterého laboratoř provádí příslušnou analýzu.

K identifikaci zdrojů nejistoty potřebujeme úplný seznam zdrojů nejistot. S výhodou je zde využíván diagram pří-



Obr. 4 Postup odhadování nejistoty měření



Obr. 5 Diagram příčin a následků – Ishikawův diagram

čin a následků, tzv. Ishikawův diagram (rybí kost) (obr. 5).

Při kvantifikaci nejistot můžeme v zásadě postupovat dvojím způsobem:

- vyhodnocením nejistot pocházejících z jednotlivých zdrojů,
- přímým stanovením kombinovaných příspěvků nejistot ze všech zdrojů nebo s využitím údajů o výkonnosti metody.

V běžném životě většinou

kombinujeme oba přístupy. Přitom využíváme například výsledky předchozích studií, výsledky analýz certifikovaných referenčních materiálů s totožným nebo obdobným složením, výsledky validačních studií, výsledky mezilaboratorních porovnání atd.

Při stanovení kombinované standardní nejistoty zkoušky často využíváme způsob, kdy jsou zjišťovány příspěvky nejistot dílčích kroků. Nejistoty dílčích kroků ( $\sigma_i$ ) byly zjištěny výpočtem z nejistot, které jsme experimentálně zjistili pomocí opakovaných měření maticových vzorků s nulovým obsahem analytu obohatených známým množstvím analytu přidaného před daným krokem postupu (NEJISTOTA I, NEJISTOTA II atd.).

Experiment je zpravidla prováděn na koncentrační hladině analytu odpovídající mezi stanovitelnosti. Náhorně je to zobrazeno na obr. 6.

Při práci s nejistotami se řídíme následujícími zásadami:

- nejistotu stanovení lze vyčíslit pouze pro kvantitativní stanovení,
- v praxi je vhodné nejistotu raději nadhodnotit (má to ale samozřejmě svá omezení),
- v případě, že je hodnota standardní (díleční) nejistoty menší než 1/3 největší standardní nejistoty, lze ji zanedbat,
- výslednou kombinovanou nejistotu uvádíme na dvě platné číslice. Výsledek přitom zaokrouhluje v souladu s nejistotou na stejný počet desetinných míst,

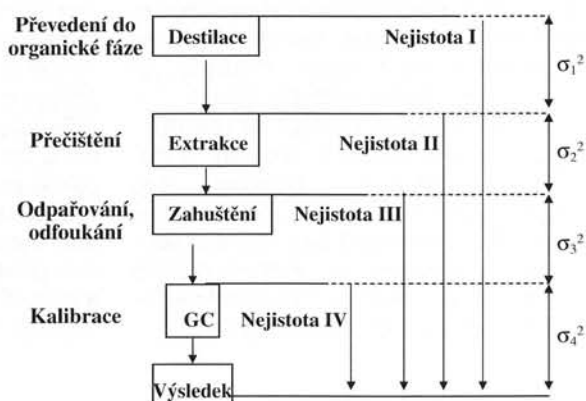
- výsledek je zpravidla uváděn ve tvaru  $(x \pm U)$  jednotky s uvedením výpočtu nejistoty, např.  $(20,00 \pm 0,15)$  mg.

### 4 PRAKTICKÉ VYUŽITÍ NEJISTOT

Jak již bylo řečeno, nejistota výsledku je kvantitativním znakem jeho jakosti, současně ji lze považovat, například v případě porovnání výsledků dvou laboratoří pracujících za podmínek reprodukovatelnosti, do jisté míry i za znak kvalitativní.

Kromě cenných údajů, které pomáhají neustále zlepšovat činnost laboratoře, přináší zákazníkovi mnohé další informace, kterých se mu dříve nedostávalo.

Určité problémy s interpretací výsledků nastávají v obchodním styku, kdy je nyní namísto jednoho konkrétního čísla nutno pracovat s hodnotou a příslušným intervalem spolehlivosti.



V tomto případě tedy řešíme soustavu rovnic o více neznámých:

$$(NEJISTOTA I)^2 = \sigma_1^2 + \sigma_2^2 = \sigma_3^2 + \sigma_4^2$$

$$(NEJISTOTA II)^2 = \sigma_2^2 = \sigma_3^2 + \sigma_4^2$$

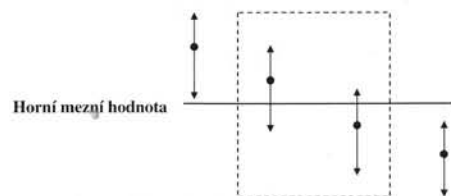
$$(NEJISTOTA III)^2 = \sigma_3^2 + \sigma_4^2$$

$$(NEJISTOTA IV)^2 = \sigma_4^2$$

kde  $\sigma_i$  = nejistota dílečního kroku

Obr. 6 Způsob vyhodnocení nejistot dílčích kroků

V praxi připadají při porovnání výsledků s mezními hodnotami v úvahu teoreticky čtyři možnosti (obr. 7). Hodnoty označené rámečkem jsou zpravidla považovány po vzájemné domluvě dodavatele a odběratele za ještě vyhovující. Pokud zjištěná hodnota nepřekračuje horní mezní hodnotu, jde z hlediska výrobce o varování, že výrobní proces není plně pod kontrolou.



Obr. 7 Interpretace výsledku s ohledem na jeho nejistotu a mezní hodnoty regulace



lou a je nutné provést příslušná opatření. Pokud zjištěná hodnota překračuje horní mezní hodnotu, lze považovat dosažený výsledek po předběžné domluvě (dané například zněním obchodní smlouvy) sice za akceptovatelný, avšak alarmující. Odběratelé v tomto případě většinou požadují u další dodávané partie opětovné provedení kontrolní analýzy. Výsledek uvedený na obrázku zcela vlevo lze považovat za naprosto nevyhovující. Výsledek uvedený na obrázku zcela vpravo je naopak plně vyhovující.

## 5 ZÁVĚR

Jak vyplývá z výše uvedeného, stává se pojem nejistoty měření nedílnou součástí života nejen pivovarských analytiků, ale i pracovníků obchodu, marketingu apod.

Tento článek nemohl samozřejmě vyčerpávajícím způsobem pojednat o veškerých aspektech týkajících se této problematiky, nicméně se pokusil poskytnout základní informace a určité vodítko těm,

kterí se budou v dané oblasti pohybovat.

Zejména je potřebné na tomto místě zdůraznit, jak je důležité, aby se výše zmíněné postupy staly běžnou praxí v pivovarských laboratořích. Obdobně je nutné apelovat na pracovníky podílející se na uzavírání hospodářských smluv, aby požadovali od svých obchodních partnerů deklarování parametrů jejich výrobků dle výše uvedených pravidel a předešli tak při případných sporech zbytečným nedorozuměním, způsobeným rozdílnou interpretací výsledků.

## Literatura

- [1] ČSN EN ISO/IEC 17025: 2001 – Všeobecné požadavky na způsobilost zkušebních a kalibračních laboratoří.
- [2] ČSN ISO 8402:1995 : Management jakosti a zabezpečování jakosti – Slovník.
- [3] ČSN 01 0115:1996 Mezinárodní slovník základních a všeobecných termínů v metrologii.
- [4] ISO 9000:2001 Systémy managementu jakosti – Zásady a slovník.

- [5] ISO 9001:2001 Systémy managementu jakosti – Požadavky.
- [6] MPA 00-01-01 Základní principy akreditačního procesu (nový proces). ČIA 2001.
- [7] MPA 10-01-01 k aplikaci ČSN EN ISO/IEC 17025:2001. ČIA 2001.
- [8] EA – 4/02 : 1999 – Metodika vyjadřování nejistot měření při kalibracích.
- [9] EAL – R2-S1 : 1998 – Doplněk k EAL-R2, Příklady výpočtu nejistot.
- [10] EAL – G 4 : 1996 – Akreditace chemických laboratoří.
- [11] Kvalimetrie VI Stanovení nejistoty analytického měření. Eurochem 1996.
- [12] Kvalimetrie VIII Základy metrologie v chemii. Eurochem 1999.
- [13] Kvalimetrie IX Vhodnost analytických metod pro daný účel. Eurochem 1999.
- [14] Kvalimetrie XI. Stanovení nejistoty analytického měření. Eurochem 2001.

*Zpracováno na základě přednášky  
na 3. Mezinárodní pivovarnické  
a sladovnické konferenci v Bratislavě  
10. – 12. 4. 2002  
Do redakce došlo 3. 5. 2002*

Čulík, J. – Kellner, V. – Čejka, P. – Jurková, M. – Horák, T.: *Nejistota měření – její stanovení a interpretace*. Kvasny Prum. 48, 2002, č. 7–8, s. 188–191.

Zvyšující se nároky na kvalitu výsledků poskytovatých akreditovanými zkušebními laboratořemi s sebou přináší některé nové povinnosti. Jednou z nich je splnění požadavku Evropské normy EN 45 001 (Všeobecná kritéria pro činnost zkušebních laboratoří), která vyžaduje, aby protokoly vystavené zkušební laboratoří zahrnovaly údaj o nejistotě měření a stanovuje, že kvantitativní výsledky musí být uváděny s vypočtenou nebo odhadnutou nejistotou.

Pro stanovení hodnot nejistoty existuje celá řada důvodů. Kromě toho, že je nejistota výsledku kvantitativním znakem jeho jakosti, dovoluje současně vyjádření nejistoty výsledku porovnat mezi sebou i výsledky různých laboratoří nebo výsledky získané v rámci jedné laboratoře. Dále umožňuje tento údaj zákazníkovi porovnat uvedený výsledek v protokolu například s referenčními hodnotami nebo normami a správně interpretovat data pohybující se v oblasti mezních hodnot.

Hlavní náplní publikace je výklad pojmů, jejich členění a zásady pro práci s nimi. Podrobně jsou popsány způsoby odhadu nejistot a zásady jejich správné interpretace. Na praktickém příkladu je demonstrován postup stanovení nejistot u složitější analytického postupu.

Čulík, J. – Kellner, V. – Čejka, P. – Jurková, M. – Horák, T.: *Uncertainty in Measuring – Its Assessment and Interpretation*. Kvasny Prum. 48, 2002, No. 7–8, p. 188–191.

The increasing demands on the quality of results provided by the accredited test laboratories breed some new obligations. One of them is to fulfil the European norm EN 45 001 (General criteria for operation of test laboratories) that requires that the reports issued by the test laboratories include the indications of uncertainty in measuring and further determines that the quantitative results must be shown with calculated or estimated uncertainty.

For setting of the uncertainty values, there

is a serie of good reasons. Apart of the fact that the uncertainty of results is a quantitative sign of its quality, its indication allows at the same time to compare with each other even the results of different laboratories or the results obtained by the same laboratory. Moreover, this indication enables to the client to compare the result stated in the report, for instance, with the reference values or norms and to interpret correctly the data ranging in the area of limiting values.

The main contents of the publication is the interpretation of concepts, their classification and the principles for their operation. It contains detailed methods of uncertainty estimation as well as principles of their correct interpretation. A practical case demonstrates the procedure of assessment of uncertainties in a complicated analytical procedure.

Čulík, J. – Kellner, V. – Čejka, P. – Jurková, M. – Horák, T.: *Die Unsicherheit der Messung – ihre Bestimmung und Interpretation*. Kvasny Prum. 48, 2002, Nr. 7–8, S. 188–191.

Die stets sich erhöhende Anforderungen an die Qualität der Ergebnisse akreditierter Prüfungslaboratorien bringen auch einige neue Pflichten mit sich. Zu ihnen gehört auch die Erfüllung der Forderung der Europäischen Norm EN 45 001 (Allgemeine Kriterien für die Tätigkeit der Prüfungslaboratorien), die erfordert, dass die von Prüfungslaboratorien ausgefertigte Protokolle auch Angaben über die Messungs-Unsicherheit enthalten; gemäss der Norm müssen quantitative Ergebnisse mit der errechneten oder durch Schätzung bestimmten Unsicherheit angeführt werden.

Für die Bestimmung der Unsicherheitswerte existieren mehrere Gründe. Neben der Tatsache, dass die Unsicherheit des Ergebnisses ein quantitatives Kennzeichen seiner Qualität darstellt, ermöglicht sie zugleich auch den Vergleich der Ergebnisse verschiedener Laboratorien und auch mehrerer Ergebnisse im Rahmen eines Labors. Im weiteren ermöglichen diese Angaben den Kunden das im Protokoll angeführte Ergebnis mit Referenzwerten und Normen zu vergleichen und die in dem Bereich der Grenz-

werte sich bewegende Daten richtig zu interpretieren.

Den Hauptinhalt der Veröffentlichung bildet die Erklärung der Begriffe, ihre Strukturierung und die Grundsätze für die Arbeit mit ihnen. Ausführlich werden die Methoden der Schätzung der Unsicherheiten und die Grundsätze ihrer richtigen Interpretation beschrieben. Auf einem praktischen Beispiel wird der Vorgang der Bestimmung der Unsicherheiten bei einer komplizierten analytischen Methode demonstriert.

Чулик, Й. – Келлнер, В. – Чейка, П. – Юркова, М. – Горак, Т.: *Неуверенность в измерении – ее определение и интерпретация*. Kvasny Prum. 48, 2002, No. 7–8, стр. 188–191.

Нарастающие требования на качество результатов предоставляемых сертифицированными контрольными лабораториями влекут за собой некоторые новые обязательства, одним из которых является выполнение требования Европейского стандарта EN 45 001 (Общие критерии для работы контрольных лабораторий). По настоящему требованию должны протоколы, разработанные контрольными лабораториями, содержать данные о неуверенности в измерениях. Далее стандарт устанавливает, что количественные результаты надо приводить с рассчитанной или расценочной неуверенностью.

Для определения величин неуверенности имеется целый ряд причин. Кроме того, что неуверенность результата является количественным знаком его качества, позволяет одновременно выражение неуверенности результата сравнивать между собой также результаты разных лабораторий или результаты полученные в рамках одной лаборатории. Заказчику этим позволяет сравнивать указанный в протоколе результат напр. с опубликованными величинами или стандартами и правильно интерпретировать данные находящиеся в области предельных величин.

Главное содержание пособия представляет объяснение терминов, их разделение и принципы их употребления на практике. Дается подробное описание способа расценки неуверенности и принципы ее интерпретации. На практическом примере указана последовательность определения неуверенности у сложного аналитического метода.