



Centrum pro výzkum
toxických látek
v prostředí

Úvod do metodiky vzorkování

Roman Prokeš



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

Inovace tohoto předmětu je spolufinancována Evropským sociálním fondem a státním rozpočtem České republiky

1. Úvod
2. QA/QC
3. Definice vzorkování
4. Základní druhy vzorkování
5. Plán vzorkování
6. Statistický základ vzorkování



Úvod 1: Proč potřebujeme seriózní výsledky?

Význam získaných seriózních výsledků:

- ekonomický
- politický
- společenský
- environmentální
- vědecký



1. Úvod: Důsledky špatných dat/výsledků

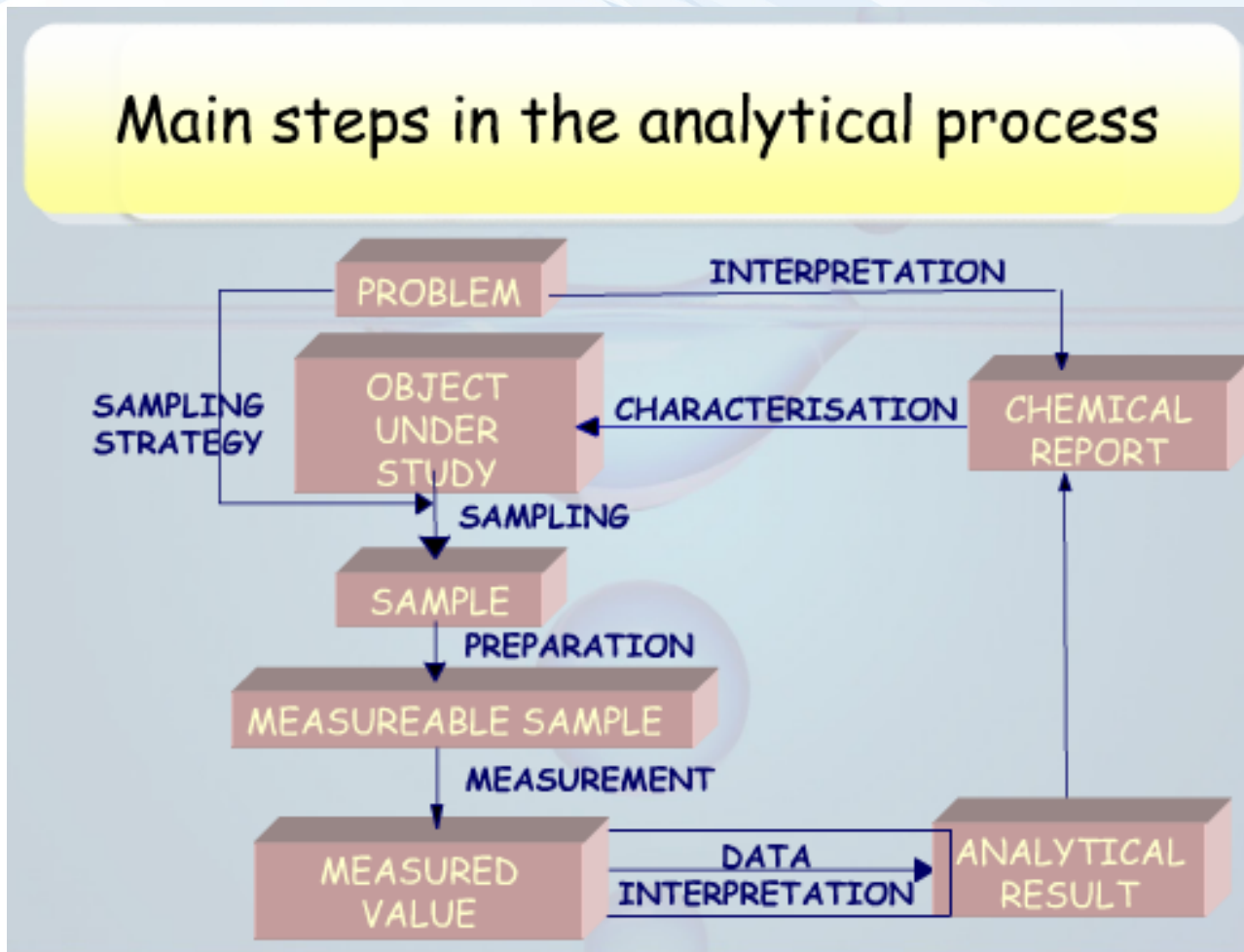
Nespolehlivé výsledky vedou:

- Opakování měření
- Použití dalších prostředků
- Ztráta reputace
- Finanční ztráta
- Havárie/nehody



1. Úvod: Analytický postup – hlavní kroky

Main steps in the analytical process



2.QA/QC: Systémy kvality, řízení a prokazování kvality

ČSN EN ISO 9000:2001

Řízení kvality – Quality Control

–část managementu kvality zaměřená na plnění požadavků na kvalitu

plánované činnosti s cílem ověřovat kvalitu měření (operativní).

Prokazování kvality – Quality Assurance

–část managementu kvality zaměřená na poskytování důvěry, že požadavky na jakost budou splněny

Interní zabezpečení jakosti poskytuje důvěru vedení a externí prokazování kvality poskytuje důvěru zákazníkovi, že se jedná o plánované činnosti navržené tak, aby bylo zjevné, že se řádně používají nástroje řízení kvality.



Systém kvality – Quality System

-Organizační struktury, postupy, procesy a zdroje potřebné k zavedení managementu kvality.

soubor postupů a odpovědností, které firma nebo organizace zavedla, aby se ujistila, že má takové vybavení a zdroje, aby mohla provádět uspokojivá měření podle přání zákazníka.



Celkový management kvality – Total Quality Management

každý osobně zodpovídá za to, že organizace vyrábí kvalitní produkty nebo poskytuje kvalitní služby

- *zahájení změn pracovní kultury za podpory managementu*
- *budování organizace orientované na zákazníka*
- *analýza a zlepšování pracovního procesu*
- *navrhování procesů stanovování kritérií kvality*
- *celoživotní vzdělávání*
- *podpora vůdcovského stylu managementu*
- *podpora nových myšlenek a odměňování úspěchů*
- *vytváření struktury a atmosféry posilující zlepšování kvality*
- *nezavrhují selhání, ale kriticky vyhodnocují příčiny jeho vzniku*



3. Definice vzorkování

„**Bez vzorkování není analýzy**“

Research in this terrifically important fact of analytical chemistry is vibrant and alive...let's thank those who work on analytical sampling for their crucial synergy with progress in measurement methods in meeting today's need for analytical applications.

R.W.Murray, Anal. Chem. 69/1997/269A



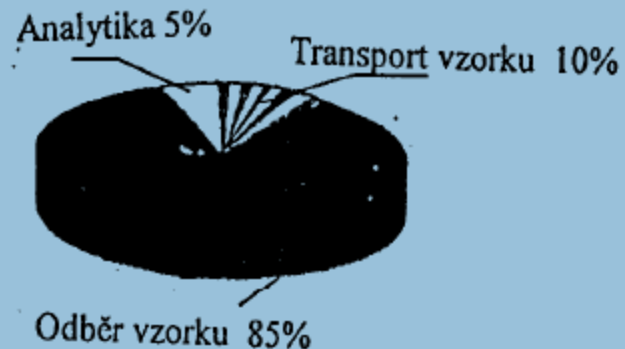
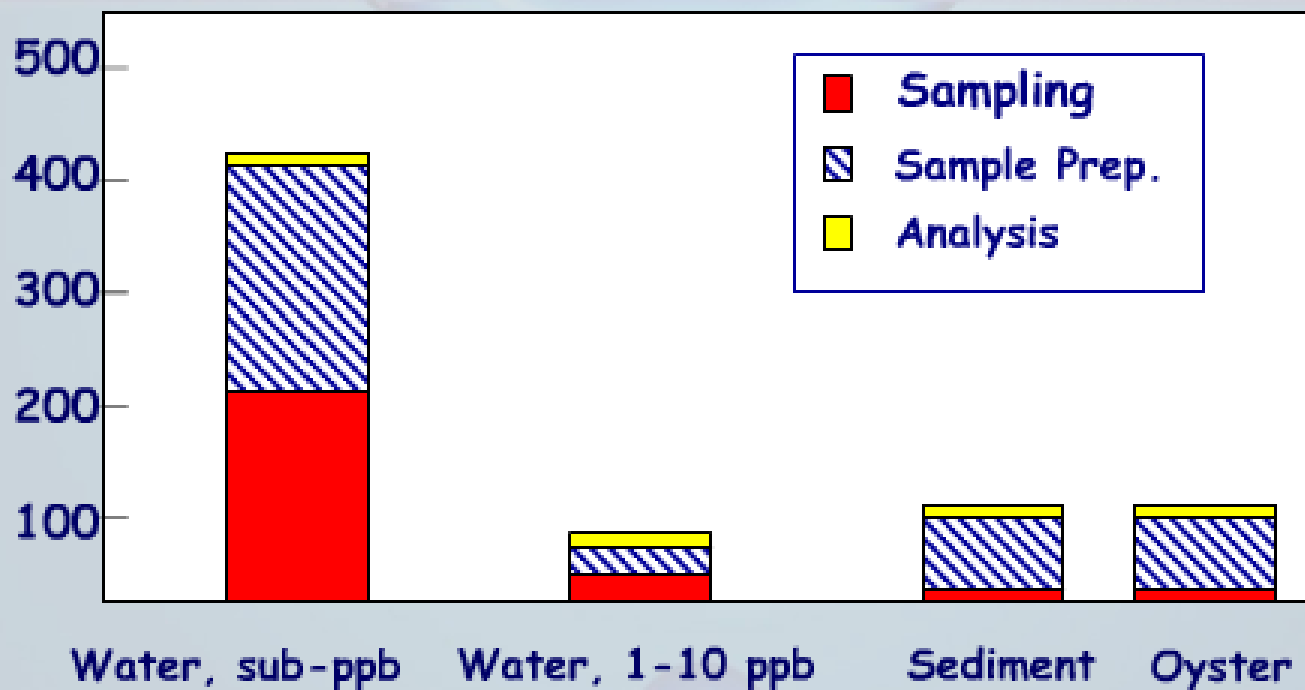
3. Definice vzorkování

Vzorkování = proces výběru určitého podílu vzorkovaného materiálu (matrice) v dostatečném objemu, který je vhodný pro transport a analýzu vzorku, přičemž stále přesně reprezentuje část vzorkovaného prostředí a poskytuje informaci o větším souboru materiálu.



3. Definice vzorkování: Chyby v environmentálním monitoringu

Possible Error, %



3. Definice vzorkování: Vzorek

Vzorek (sample) = část stanovovaného souboru tvořeného jednou nebo více vzorkovanými jednotkami.

- Stupeň reprezentativnosti
- Zajištěním stability sledovaných znaků
- Velikosti
- Náklady na pořízení vzorku

➔ reprezentativní

➔ stranný



3. Definice vzorkování: Typy vzorků

reprezentativní vzorek (representative sample)

vzorek, jehož fyzikální nebo chemické charakteristiky jsou shodné s objemovými průměrnými charakteristikami celkového objemu, která je vzorkován

ČSN ISO 11648-1/2004
ČSN ISO 3534-1/2010
ČSN ISO 3534-2/2010

vzorek získaný na základě plánu vzorkování, způsobem, který odpovídá požadavkům cíle vzorkování, jenž reprezentuje sledované vlastnosti základního souboru

náhodný výběr odebraný takovým způsob, že pozorované hodnoty mají stejná rozdělení ve výběru jako v základním souboru

stranný vzorek

vzorek získaný při vzorkování, které je zatíženo systematickou chybou, nespĺňuje vlastnosti reprezentativního vzorku



3. Definice vzorkování: Typy vzorků

selektivní vzorek
(selective sample)

vzorek, který je záměrně vybrán podle vzorkovacího plánu tak, že vylučuje materiály s určitou vlastností a/nebo vybírá pouze materiál s jinou významnou vlastností

náhodný vzorek
(random sample)

vzorek, který je odebrán ze souboru takovým způsobem, že všechny kombinace n vzorkovaných jednotek mají stejnou pravděpodobnost, že budou vybrány

dílčí vzorek
(increment)

při vzorkování hromadných materiálů - množství hromadného materiálu odebrané jednorázově vzorkovacím zařízením z většího množství materiálu



3. Definice vzorkování: Typy vzorků

složený vzorek

(composite sample)

souhrn dvou nebo více dílčích vzorků odebraných z dávky

jednotkový vzorek

(sample unit)

směs nebo souhrn dílčích vzorků, odebraných u jednotek tak, aby vystihovaly jakost vzorkované jednotky

hrubý vzorek

(gross sample)

vzorek základního souboru získaný spojením všech jednotek odebraných ze základního souboru neboli směs vytvořená z odebraných dílčích vzorků nebo jednotlivých dílčích vzorků

souhrnný vzorek

(aggregated sample)

při vzorkování hromadných materiálů souhrn dílčích vzorků, kde nedošlo k vzájemnému smíšení



3. Definice vzorkování: Typy vzorků

duplikátní vzorek

(duplicate sample)

jeden ze dvou či více vzorků, výběrů nebo podvýběrů, získaných odděleně ve stejném čase pomocí téhož postupu vzorkování nebo dělením vzorku

laboratorní vzorek

(laboratory sample)

vzorek určený k laboratorním zkouškám nebo výzkumu

analytický vzorek

(analysis sample)

vzorek připravený pro zkoušení nebo analýzu z laboratorního vzorku, přičemž se najednou využívá celý objem

zkušební vzorek

(test sample)

vzorek připravený na zkoušení nebo analýzu, přičemž celé jeho množství nebo část se použije



3. Definice vzorkování: Úprava vzorku

= převedení vzorku do stavu požadovaného ke zkoušení příslušného znaku

- promíchání směsi – homogenizace
- drcení
- mletí
- sušení
- dělení vzorku
 - laboratorní vzorky
 - rozhodčí vzorky
 - rezervní vzorky
 - analytické vzorky
 - zkušební vzorky

- **průměrný vzorek** – vzorek získaný homogenizací či úpravou

- **redukovaný vzorek** – část vzorku po úpravě a homogenizaci

- **konečný vzorek** – po úpravě celého hrubého vzorku jsou vyděleny části = konečné díly pro rozhodčí, rezervní atd. vzorky



4. Základní druhy vzorkování

faktory ovlivňující vzorkování:

- způsob odběru
- kinetika vzorkovaného materiálu
- spojitost odběru vzorků
- soustavnost vzorkování celků (dávky, šarže, várky...)
- potřeba získání vedlejší informace
- stupeň mechanizace odběrů



4. Základní druhy vzorkování: způsob odběru vzorků

VZORKOVÁNÍ:

náhodné

variabilita a průměrná koncentrace se nemění v celé vzorkované oblasti (vzorkování z homog. a náhodně heterogen. materiálů)

systematické

odběr dílčích vzorků nebo výběr jednotek ze vzorkovaného celku ve stanov. pravidelných intervalech (vzorkování materiálů z proudu)

stratifikované

vhodné pro celky složené z nestejně velkých jednotek, z několika dávek vyrobených za odlišných podmínek

vícestupňové

rychlé a méně nákladné ověřování prostorového rozložení hodnocených charakteristik rozsáhlých souborů (průzkumy znečištění, třídění materiálu)



4. Základní druhy vzorkování: kinetika vzorkovaného materiálu

VZORKOVÁNÍ:

statické

vzorkování v klidu

- odběr dílčích vzorků ze vzorkovaného materiálu, který je umístěn na skládkách, v zásobnících, vagónech atd.

- místa odběru jsou v závislosti na povaze heterogenity materiálu, ve shodě s náhodným nebo stratifikovaným vzorkováním

dynamické

vzorkování v pohybu

- odběr dílčích vzorků z toku materiálu, z materiálu pohybujícím se na dopravníku, v potrubí atd.

- nejčastěji spojeno se systematickým vzorkováním, vhodnější pro dynamické vzorkování



4. Základní druhy vzorkování: spojitost odběru vzorků

spojité vzorkování

plynulý odběr dílčích vzorků z proudu
např. kapalin

nespojité (přerušované)
vzorkování

přerušovaný odběr dílčích vzorků

= vzorek má být **reprezentativní** pro celé množství materiálu za daný časový interval nebo za interval mezi dvěma odběry



4. Základní druhy vzorkování: soustavnost vzorkování celků

stálé vzorkování

- odběr vzorku z každého předloženého celku (dávky, šarže, várky...)
- uplatňuje se zejména při kolísavé kvalitě předkládaných celků nebo při dlouhých časových prodlevách mezi dvěma celky

občasné vzorkování

- používá se při stabilizované požadované jakosti celků, tvořících plynulou sérii od téhož dodavatele nebo při plynulé výrobě, kde se předpokládá kontrola pouze předem určených celků
- interval mezi vzorkováním může být pevný nebo náhodný
- při zjištění nejakostního celku přechod na stálé vzorkování



4. Základní druhy vzorkování: potřeba získání vedlejší informace

orientační vzorkování

-ověření před vlastním vzorkováním, zda se jedná o požadovaný druh materiálu (kapalina), zda tento materiál není zakalen nebo znehodnocen přítomností nečistot atd.

-odhad stupně a typu heterogenity, stanovení odhadu dílčích rozptylů způsobujících celkovou proměnlivost hodnot sledovaného znaku (nová zásilka, nový materiál, nový dodavatel)

kontrolní vzorkování

-vzorkování těch částí celku, které způsobují pochybnosti (skryté větší množství hlušiny pod povrchovou vrstvou uhlí)

-vzorek není směrodatný pro posouzení kvality celku



4. Základní druhy vzorkování: stupeň mechanizace vlastního odběru

vzorkování:

- ruční
- mechanické (i pneumatické vzorkovače)



přímé – vzorek je odebrán pouze do vzorkovnice



nepřímé – vzorek je veden do analyzátoru a analyzován bez uložení do vzorkovnice



5.Plán vzorkování: základní etapy hodnocení kvality vzorkovaného celku

- a) vymezení celkového množství hromadného materiálu, který představuje vzorkovaný celek
- b) specifikace cíle vzorkování
- c) určení znaků kvality, které mají být kontrolovány
- d) odebrání dílčích vzorků
- e) úprava vzorků a jejich analýza
- f) zhodnocení získaných výsledků analýzy



5.Plán vzorkování: vzorkovaný celek

vzorkovaný celek:

- musí být tvořen materiálem specifikovaného charakteru s pevně vymezenými hranicemi
- množství hromadného materiálu je vyjádřeno celkovou hmotností, celkovým objemem, dobou po kterou byl vyráběn
- *vícestupňový celek* = tvořen jednou nebo několika jednotkami zpravidla stejné velikosti
- má být tvořen výrobní dávkou, várkou, šarží atd. nebo jejich částí – obsahuje materiál vyrobený za stejných podmínek tzn. vytvořený výrobním procesem se stabilizovanými parametry a ve statisticky zvládnutém stavu = základní požadavky na celky v sérii (nejhospodárnější forma ověření kvality celé dávky = nejnižší náklady na vzorkování)



5.Plán vzorkování: cíle vzorkování

proces zkoušení materiálu:

- kvalifikovaný odběr vzorku (vzorků), jejich uchování, transport a návaznou dokumentaci
- přípravu vzorku k analýze
- volbu analytické metody a vlastní analýzu
- zpracování výsledků a jejich interpretace



5.Plán vzorkování: cíle vzorkování

Před odběrem:

- závěry, které mají být na základě analýz učiněny
- finanční prostředky na vzorkování a analýzu
- místo a způsob odběru vzorů , typ vzorkovače, hmotnost dílčích vzorků, postup při úpravě vzorků
- složky či vlastnosti sledované ve vzorku
- očekávaná koncentrační úroveň
- makrokomponenty vzorku
- předpokládaná analytická matrice
- technika pro analýzu (přesnost, správnost, mez a selektivita detekce atd.)



5.Plán vzorkování: cíle vzorkování

Celky tvořené stejným hromadným materiálem mohou být vzorkovány s různými cíly (technické normy, technologické postupy, charakter zadání)

Cíle poskytující celkovou informaci nebo posuzují kvalitu materiálu (podezření):

- odhad proměnlivosti (variability) sledovaného znaku kvality ve vzorkovaném celku
- odhad průměrné hodnoty sledovaného znaku kvality ve vzorkovaném celku
- rozhodnutí, zda průměrná hodnota sledovaného znaku ve vzorkovaném celku leží uvnitř intervalu ohraničeného předepsanými mezními hodnotami
- rozhodnutí, zda podíl nevyhovujících jednotek ve vzorkovaném celku přesahuje požadavky kvality dohodnuté ve smlouvě příp. dané technickou normou atd.



5.Plán vzorkování: cíle vzorkování

Celý proces zpracování výsledků měření obsahuje části charakterizované svou vlastní **složkou statistického rozptylu** (variance):

- složka rozptylu vzorkování charakterizující variabilitu při odběru dílčích vzorků
- složka rozptylu charakterizující variabilitu vzniklou v průběhu úpravy zkušebního vzorku
- složka rozptylu měření charakterizující shodnost použité analytické metody
- nejistota měření výsledné hodnoty jednotlivých sledovaných znaků kvality, zohledňuje předchozí tři složky rozptylu



5. Plán vzorkování: cíle vzorkování

- vzorkování sypkých materiálů – vhodná homogenizace materiálu tvořícího celek (nejlépe několik dávek najednou), možnosti i redukce velikosti částic
- vzorkování kapalin – kolísání uvnitř hrubého vzorku poměrně malé, procesy úpravy vzorku se vypouští
 - zvýšení heterogenity protřepáním kapaliny
- vzorkování plynů – přímá analýza dílčího vzorku odebraného z dávky, proces úpravy se vypouští



5.Plán vzorkování: specifikace znaků kvality

- **základní znaky** – kvalitativní (měřitelné)
- **kvantitativní znaky** (srovnávání zabarvení roztoku, počet nečistot atd.) nutné převést vhodnou analytickou metodou na znak *kvalitativní*

➔ nutnost specifikovat pouze ty znaky kvality, které jsou nutné a postačující ke zjištění způsobilosti produktu k určenému cíli, který byl základní při vypracování technického předpisu a pro který je daný produkt dodáván

CÍL: nevytvářet zbytečně velký počet sledovaných znaků



5.Plán vzorkování: členění plánu vzorkování

Tematické části plánu vzorkování	Kapitoly plánu vzorkování
zadání podmínek vzorkování, popis obecných informací	cíl prací
	informace o zájmové lokalitě, o vzorkovaném objektu
popis postupu vzorkování	určení schématu vzorkování (jednoduché po vrstvách atd.), nákres míst odběru vzorků
	hmotnost nebo objem dílčího vzorku
	typ vzorkovače a vzorkovnice
	popis způsobu odběru dílčích vzorků
	postup úpravy vzorků (transport, uchovávání rozhodčího a rezervního vzorku, systém značení, evidence)
	velikost laboratorního vzorku
	materiální zabezpečení odběru vzorků
specifikace požadavků k zajištění kvality a bezpečnosti vzorkování a následných zkoušek	opatření k zajištění kvality vzorkování
	určení odpovědnosti za průběh vzorkování a personální zabezpečení vzorkování
	volba laboratoře
	ochrana zdraví a zásady bezpečnosti práce



5. Plán vzorkování: základní údaje norem týkajících se vzorkování

- schéma vzorkování, počet vzorkovaných jednotek, počet dílčích vzorků, které mají být odebrány ze vzorkované jednotky a specifikace míst odběru dílčích vzorků
- hmotnost nebo objem dílčího vzorku
- typ vzorkovače a vzorkovnice, které mají být použity při odběru a uskladnění vzorků
- popis techniky odběru dílčího vzorku
- postup úpravy vzorků
- velikost laboratorního (rozhodčího a rezervního) vzorku
- **způsob označování a zaplombování vzorkovnic se vzorky**
- **podmínky uchování vzorků: doba a specifikace způsobu a prostředí pro jejich uskladnění**
- **náležitosti protokolu o odběru vzorků**
- bezpečnostní předpis pro vzorkování



5.Plán vzorkování: údaje na štítku (doporučené)

- název hromadného materiálu
- označení dávky, resp. dodávky (dodavatel, číslo dávky, den dodání, číslo dodacího listu, číslo vagónu atd.)
- velikosti dávky, samostatně přejímaného materiálu
- druh vzorku (lokální vzorek, hrubý vzorek...)
- datum a místo vzorkování
- evidenční číslo vzorku
- jméno vzorkaře
- množství vzorku, hmotnost vzorkovnice
- odkaz na protokol o vzorkování, zvláštní události při vzorkování

➔ štítek musí být připojen tak, aby nemohlo dojít k jeho záměně bez porušení pečete



5.Plán vzorkování: volba schématu vzorkování

definice – počtu vzorků, místa odběru vzorků nebo časového intervalu

základní schémata vzorkování (ČSN01 5110:1974)

- vzorkovaný celek = jedna jednotka (cisterna)
- vzorkovaný celek = více jednotek (pytle)

kombinovaná schémata vzorkování

- *vícestupňové (hierarchické) vzorkování*
- *modifikované klastrové vzorkování*



5.Plán vzorkování: volba schématu vzorkování

vícestupňové

pro rychlé a relativně méně nákladné ověřování prostorového rozložení hodnocených charakteristik rozsáhlých souborů (průzkumy znečištění, třídění materiálu atd.) podle odborného úsudku vzorkaře nebo měření parametrů (pH, red-ox potenciál)

➔ rozčlenění do podsouborů a z každého podsouboru je vybráno jedno nebo více míst k odběru

modifikované

soubor vzorků odebrán prostým náhodným vzorkováním

➔ v místě zjištění dané vlastnosti – odebrány další vzorky pro prostorové vymezení dané vlastnosti



5.Plán vzorkování: chyby při vzorkování

náhodné

-způsobena náhodnými vlivy, současným působením velkého počtu malých příčin, jejichž vliv nelze často v praxi ani zjistit (nepředvídatelné, neznámá příčina)

-průměrná hodnota se blíží nule se zvyšujícím se počtem měření (lze použít matematickou statistiku)

= ovlivňují preciznost výsledku

systematické

ČSN ISO 3534-1

-způsobena *pravidelným*, většinou *trvalým* vlivem

-průměrná hodnota je pevná a různá od nuly a ani opakovaným měřením nelze docílit konvergence této průměrné hodnoty k nule

-vyvolává strannost (vychýlení) získaného výsledku

-dodržování zásad pro odběr vzorků u různých typů heterogenity materiálu = vyloučení strannosti

= ovlivňují pravdivost výsledku

hrubé

-způsobena selháním pracovníka, přístroje, nevhodným

postupem



5.Plán vzorkování: chyby při vzorkování

příklady systematických chyb:

- vzorky získané jen na povrchu – preference velkých částic na úkor malých nebo naopak
- odběr pouze z části proudu (třeba středu), nikoliv celý průřez nebo odběr pouze v první fázi vyprazdňování zásobníku (různá vlhkost nebo voda vysychá na povrchu)
- úprava vzorku (jiná jemnost zrna – rozetřením) kvůli lepší rozpustnosti (pyrit, keramika)
- vlhkost a úprava zrna pro přípravu tablet (infračervená spektrometrie)
- sušení vzorku při nevhodné teplotě – nedostatečné vysušení, rozklad
- největší spektrum systematických chyb = **vlastní analýza vzorku** (výkyv v kvalitě, segregace a seskupování částic, periodické kolísání...)

ČSN ISO 11648-2:2003



5.Plán vzorkování: uchování a transport vzorků

podle typu odebíraného vzorku:

- výběr materiálu kontejneru
- velikost kontejneru
- skladování vzorku

kontejner:

- pevný, zapečetěný a naplněný po hrdlo (dle typu materiálu)
- použitelný pro zmrazení vzorků (krev, tkáň, potraviny)
- ochrana vzorku před světlem
- možnost upozornit na speciální podmínky při transportu a skladování

➡ předání vzorkovnice s neporušeným vzorkem v nejkratším možném čase do laboratoře,

➡ analýza provedená v nejkratší době po odběru



5.Plán vzorkování: dokumentace odběru vzorků

musí obsahovat tyto údaje:

- **označení vzorku** – štítek na vzorkovnici: číslo (kód) vzorku, jméno vzorkaře, místo, datum a hodina odběru
- **zápis v deníku vzorků:**
 - účel vzorkování
 - odběrové místo (mapa, GPS)
 - jméno a adresa kontaktní osoby na místě
 - typ vzorku, počet a velikost odebraných vzorků
 - označení vzorků
 - datum a hodina odběru
 - distribuci vzorků do laboratoří, způsob přepravy
 - měření prováděná na místě (teploty, pH), další okolnosti
 - jméno vzorkaře, podpis



5.Plán vzorkování: dokumentace odběru vzorků

- **záznam o další manipulaci se vzorkem** – osoby, které manipulovaly se vzorkem, za jakým účelem, po jakou dobu
- **požadavek na analýzu vzorku** – obsahuje údaje z deníku vzorků, doplněné o údaje při převzetí vzorku v laboratoři
 - osoba převírající vzorek
 - číslo vzorku podle laboratorní knihy vzorků
 - datum převzetí vzorku
 - seznam požadovaných analýz
 - přidělení vzorku analytikovi
- **průvodní list příp. protokol o odběru vzorku**
- **fotodokumentace**



5.Plán vzorkování: bezpečnost práce

Zákon č. 262/2006 Sb., zákoník práce (Hlava pátá)

- **zajištění bezpečnosti vzorkaře:** zdravotní způsobilost, výstroj (oblečení, obuv, rukavice, ochrana obličeje a očí), absolvování instruktáže (vzorkování, ochraně zdraví, zařízení, vzorkovaného materiálu a životního prostředí)
- **zajištění bezpečného přístupu k místu vzorkování**
- **vybavení pracovního prostoru pro vzorkování:** v souladu s hygienickými, protipožárními, bezpečnostními a dalšími předpisy
- **zabezpečení manipulace se vzorkovači a vzorkovnicemi:** ovladatelnost, čistota, dostatečná velikost, bezpečná uzavíratelnost
- **zajištění řádného uskladnění vzorků:** zaplombování, přístup pouze pověřených osob, skladování v prostředí splňující platné bezpečnostní a zdravotní předpisy



5.Plán vzorkování: bezpečnost práce

Možná rizika při vzorkování:

- poškození zdraví jedovatými látkami
- nebezpečí kyslíku
- nebezpečí požáru

Možné vstupy do organismu:

- inhalační
- dotykem s pokožkou a sliznicemi
- orálně

Účinky jedů: přímý toxický efekt, biochemický účinek, imunologický účinek, karcinogenita, mutagenita, teratogenita



5.Plán vzorkování: bezpečnost práce

Možná ochrana před těmito riziky:

- přístrojová technika (analyzátory, detektory, online měření)
- ochranné pracovní pomůcky
- znalost technologie

Expoziční limity:

- **PEL** – přípustný expoziční limit (8 hod.)
- **NPK-P** – nejvyšší přípustná koncentrace (krátkodobá)



6. Statistický základ vzorkování: úvod

Vzorkování

- výběr, který se řídí zákony pravděpodobnosti
- analýza rozptylu, neboť stupeň heterogenity je určujícím faktorem *chyby vzorkování*
- získaná informace je pouze více, či méně *pravděpodobná* – míra akceptovatelné nejistoty musí být specifikována uživatelem před zahájením vzorkování
- vychází z plánu vzorkování, který zaručuje odpovídající pravděpodobnost odběru = splnění požadavku, že všechny části hromadného materiálu mají stejnou pravděpodobnost tzn. budou odebrány a objeví se ve vzorku pro zkoušení



6. Statistický základ vzorkování: heterogenita materiálu

- celek hromadného materiálu je obecně **heterogenní** (*homogenní nemá statistické rozdělení, rozptyl $s^2 = 0$*) a jeho hmotnost je rozmístěna v trojrozměrném prostoru
- nutnost poznat a kvantifikovat heterogenitu sledovaného znaku v rámci celkové hmotnosti a jejího prostorového rozmístění = první stupeň schématu vzorkování
- heterogenita
 - náhodná tj. nepodmíněná jinými znaky či podmínkami
 - podmíněná – reálnými podmínkami materiálu a prostředí



6. Statistický základ vzorkování: heterogenita materiálu

náhodná

-soubor opakovaných výběrů má statistické rozdělení, charakterizovatelné centrální a disperzní tendencí – Bayesův teorém postupného upřesňování:

- čisté jednofázové systémy (plynů, kapalin) = náhodnou h.
- vícefázové systémy (ovzduší, voda) = podmíněná h.

-popis: Variogram, Anova

podmíněná

-komplexní tj. vyžaduje objasnění funkčních závislostí mezi znaky materiálu, jeho stavem a okolními podmínkami (výroba granulovaných hnojiv)

-popis: korelační a regresivní analýza a multiparametrální systémy, faktorové a shlukové analýzy a analýzy vzoru



6. Statistický základ vzorkování: míra heterogenity materiálu

$$\text{odhad rozptylu: } s^2 = s_1^2 + s_2^2 + s_G^2$$

s_1^2 – krátkodobé kolísání kvality a vzniká z odlišných složení dílčích vzorků odebraných v následných nejkratších možných intervalech z materiálu

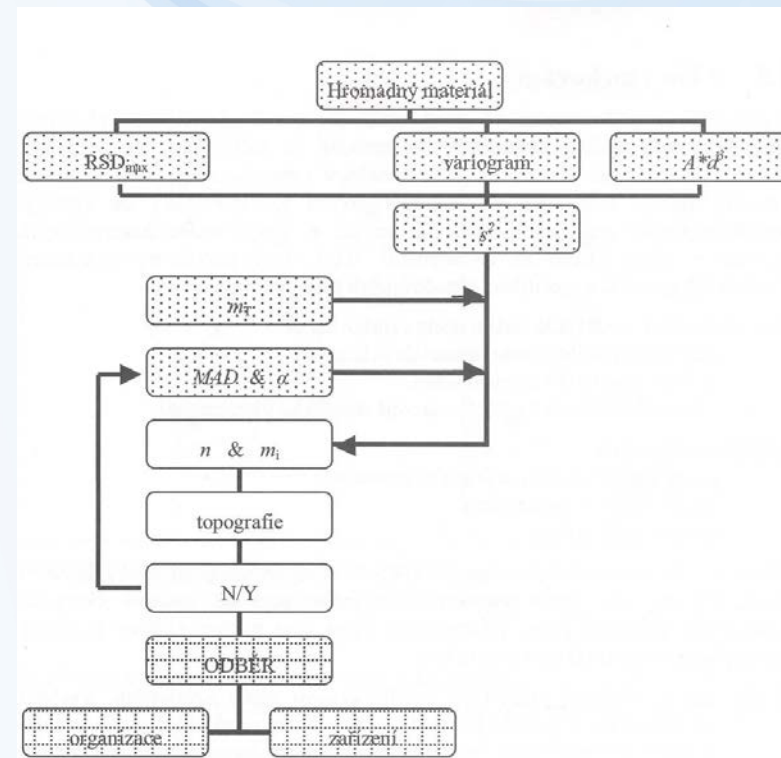
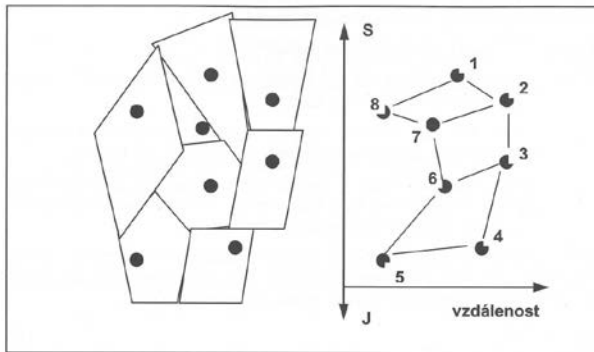
s_2^2 – dlouhodobé kolísání kvality a vzniká v důsledku časových a prostorových změn při vzorkování mezi opakovanými množstvími materiálu

s_G^2 – segregace a seskupení částic materiálu, která je funkcí velikosti částic



6. Statistický základ vzorkování: plán vzorkování

- znalost variability znaku materiálu a celku
- znalost množství materiálu celku
- odsouhlasená hodnota MAD (maximální akceptovatelná odchylka) a úroveň statistické významnosti
- počet dílčích vzorků a jejich hmotnost
- místa odběru a čas odběru
- způsob odběru



Vývojový diagram plánu vzorkování



6. Statistický základ vzorkování: chyby a nejistoty

- **Přesnost měření** – výsledek analýzy X

$$X = \mu + \varepsilon + \sum \delta$$

μ ...skutečná hodnota

ε ...systematická chyba

δ ...náhodná chyba

PŘESNOST = PRAVDIVOST (ε) + PRECIZNOST (δ)

- **Nejistota výsledku** – interval hodnot, kde leží skutečná hodnota s určitou pravděpodobností
- Celková nejistota - součet jednotlivých nejistot (vzorkování + analytická metoda)





INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

Inovace tohoto předmětu je spolufinancována
Evropským sociálním fondem a státním rozpočtem
České republiky



Centrum pro výzkum
toxických látek
v prostředí