



SNAS

SLOVENSKÁ NÁRODNÁ AKREDITAČNÁ SLUŽBA

METODICKÁ SMERNICA NA AKREDITÁCIU

**NÁVOD NA VYJADROVANIE NEISTOTY
V KVANTITATÍVNYCH SKÚŠKACH
(EA - 4/16: 2003)**

MSA-L/11

Vydanie: 2

Aktualizácia: 1

BRATISLAVA

Február 2017

Táto metodická smernica je prekladom dokumentu EA - 4/16: 2003 „EA guidelines on the expression of uncertainty in quantitative testing.“ Slúži ako pomôcka pri odhadovaní, výpočte, vyhodnocovaní a vyjadrovaní neistôt výsledkov kvantitatívnych skúšok, meraní a analýz, nie ako priamy návod na ich výpočet. Bližšie informácie o postupe pri výpočte neistôt sú uvedené v GUM¹ a v ďalších dokumentoch (viď časť „Odkazy“).

Spracoval: RNDr. Lívia Kijovská, PhD.

Preskúmal: Ing. Renata Knorová

Schválil: Mgr. Martin Senčák

Účinnosť od: 15.2.2017

Nadobudnutím účinnosti tejto MSA končí účinnosť MSA-L/11 z 3.8.2009

Táto MSA neprešla jazykovou úpravou.

Metodické smernice na akreditáciu sa nesmú rozmnožovať a kopírovať na účely predaja.

Dostupnosť MSA: [http:// www.snas.sk](http://www.snas.sk)

OBSAH		Strana
	CIEĽ	5
1	ÚVOD	5
2	ROZSAH POUŽITIA	6
3	VYHLÁSENIE POLITIKY	6
4	KRÁTKY SUMÁR GUM	7
5	INŠTRUKTÁŽ K MERANIU A KVANTITATÍVNEMU SKÚŠANIU	9
	5.1 Požiadavky	
	5.2. Špecifické problémy s vyhodnocovaním neistoty v skúšaní	
6	POUŽITIE DÁT Z VALIDÁCIE A ÚDAJOV O VLASTNOSTIACH METÓDY PRE VYHODNOTENIE NEISTOTY	9
	6.1 Zdroje z údajov o vlastnostiach metódy a validačných údajov	
	6.2. Dáta nazbierané počas validácie a verifikácie skúšobnej metódy pred použitím v prostredí skúšania	
	6.3 Medzilaboratórna štúdia vlastností metódy podľa ISO 5725 alebo ekvivalentnej normy	
	6.4. Dáta z procesu riadenia kvality skúšania alebo merania	
	6.5. Dáta zo skúšania spôsobilosti	
	6.6 Významnosť príspevkov k neistote	
	6.7 Použitie údajov z predchádzajúcej štúdie	
7	UVÁDZANIE VÝSLEDKOV KVANTITATÍVNYCH SKÚŠOK	18
8.	POSTUPNOSŤ IMPLEMENTÁCIE KONCEPTU NEISTOTY	20
9.	VÝHODY VYHODNOTENIA NEISTOTY PRE SKÚŠOBNÉ LABORATÓRIÁ	21
10	ODKAZY	21
11	LITERATÚRA	23
12	PRÍLOHA	24

CIEĽ:

Cieľom tohto dokumentu je harmonizovať určovanie neistôt spojených s meraním a výsledkami skúšok v rámci EA. Uvedené sú odporúčania a rady k určovaniu týchto neistôt.

1 ÚVOD

Smernica k vyjadrovaniu neistôt meraní (The Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement - GUM) [1] je uznaná EA, ako hlavný dokument vzťahujúci sa na neistoty merania. Preto sa vo všeobecnosti požaduje súlad špecifických smerníc a odporúčaní pre určovanie neistôt merania s GUM vo všetkých oblastiach aplikácií spadajúcich pod aktivity EA.

Vo všeobecnosti, GUM je tiež aplikovateľný v skúšaní, hoci medzi meraním a skúšobnými postupmi sú nepopierateľné rozdiely. Samotná podstata niektorých skúšobných postupov neumožňuje presnú aplikáciu GUM. V odseku 6 sa uvádza návod, ako postupovať v takýchto prípadoch.

Kdekoľvek je to možné, od akreditovaných skúšobných laboratórií sa vyžaduje, pokiaľ udávajú neistoty spojené s výsledkami kvantitatívnych skúšok, aby postupovali v súlade s GUM. Základnou požiadavkou GUM je použitie modelu pre určenie neistoty. Model by mal zahŕňať všetky príspevky (veličiny), ktoré môžu významne prispievať k neistote výsledku skúšky. Vyskytujú sa však prípady, kedy úsilie požadované na vyvinutie detailného modelu je zbytočné. V takomto prípade by mal byť prijatý iný identifikovateľný (schválený) postup a použitá iná metóda, ktorá môže byť založená na validácii a na dátach charakterizujúcich metódu.

Laboratóriá vyvinuli vhodné princípy spolupráce so zákazníkmi, aby sa zabezpečilo, že zákazník má maximálny úžitok z laboratórnych služieb. Zákazníci majú právo očakávať, že protokoly o skúške sú fakticky správne, použiteľné a obsažné. V závislosti od situácie sa zákazníci zaujímajú o stránku kvality, obzvlášť o

- spoľahlivosť výsledkov a kvantitatívne vyjadrenie tejto spoľahlivosti, napríklad prostredníctvom neistoty
- stupeň dôvery vyhlásenia zhody pre produkt, ktoré môže byť odvodené z výsledku skúšky a s ním spojenej rozšírenej neistoty

Ďalšie parametre kvality, ako sú opakovateľnosť, medziľahlá reprodukovateľnosť, správnosť, robustnosť a selektivita sú tiež dôležité pre charakterizáciu kvality skúšobnej metódy.

Tento dokument sa nezaobera použitím neistoty pri hodnotení zhody. Vo všeobecnosti, kvalitu skúšobného výsledku neodzrkadľuje najlepšie dosiahnuteľná alebo najmenšia neistota. Časť 2 definuje rozsah aplikácie tohto návodu a časť 3 prezentuje spoločnú politiku EUROLAB, EURACHEM a EA. Kapitoly 4, 5 a 6 majú výučbový charakter.

Časť 4 uvádza krátky sumár GUM. Časť 5 sumarizuje existujúce požiadavky podľa ISO/IEC 17025 [7] a stratégiu pre implementáciu určenia neistoty. Taktiež poukazuje na niektoré problémy spojené s určovaním neistoty v skúšaní. Časť 6 vysvetľuje použitie validácie a dát charakterizujúcich metódu pre určenie neistoty v skúšaní. Požiadavky EA na uvádzanie výsledkov meraní sú uvedené v kapitole 7. Návod na postupnú implementáciu neistoty v skúšaní je uvedený v kapitole 8. Úžitok vyhodnotenej neistoty spojenej s hodnotou získanou v kvantitatívnom skúšaní je naznačený v kapitole 9.

2 ROZSAH POUŽITIA

Tento dokument je zameraný na poskytnutie návodu pre určenie hodnoty (odhadu) neistoty v kvantitatívnom skúšaní. Akákoľvek skúška zahŕňajúca stanovenie numerickej hodnoty meranej veličiny alebo charakteristiky sa nazýva kvantitatívnym skúšaním. Pre určenie neistoty v kalibrácii by sa malo vychádzať z EA-04/02 [11].

3 VYHLÁSENIE POLITIKY

Výňatok z ILAC-G17:2002 „Introducing the Concept of Uncertainty of Measurement in Testing in Association with the Application of the ISO/IEC 17025“ [15]:

1. *Uvádzanie neistoty merania by malo byť postačujúco obsažné pre účely porovnávania;*
2. *GUM a ISO/IEC 17025 predstavujú základné dokumenty, avšak môžu byť potrebné špecifické sektorové interpretácie;*
3. *Zatiaľ sa uvažuje len neistota merania spojená s kvantitatívnymi skúškami. Stratégia zaobchádzania s výsledkami z kvalitatívnych skúšok bude riešená vedeckou obcou;*
4. *Základnou požiadavkou by malo byť, buď odhad celkovej neistoty, alebo identifikácia a pokus o kvantifikáciu hlavných zložiek neistoty a následný odhad kombinovanej neistoty;*
5. *Základ pre odhad neistoty merania majú tvoriť experimentálne dáta (regulačné diagramy, validácia, kruhové testy, skúšky spôsobilosti, certifikované referenčné materiály, návody, atď.);*
6. *Pokiaľ sa používa štandardná skúšobná metóda, postupuje sa podľa nasledovných postupov:*
 - *ak skúšobná metóda obsahuje návod na odhad neistoty, od skúšobného laboratória sa neočakáva viac, ako sa pridržovať tohto postupu odhadu*
 - *ak norma uvádza typickú neistotu merania pre výsledok skúšania, laboratórium ju môže uvádzať, pokiaľ je schopné demonštrovať plný súlad so skúšobnou metódou*
 - *ak je v norme implicitne zahrnutá neistota, nepožadujú sa ďalšie kroky, avšak laboratórium musí byť v plnom súlade s normou*

Od laboratórií sa len očakáva brať do úvahy a aplikovať informácie týkajúce sa neistoty, ktoré sú uvedené v príslušnej norme, t.j. uviesť vhodnú hodnotu, alebo



postupovať podľa uvedeného návodu pre odhad neistoty. Normy, ktoré špecifikujú skúšobné postupy by mali byť revidované v súvislosti s odhadovaním a uvádzaním neistoty výsledkov skúšok a prepracované organizáciou zaoberajúcou sa normalizáciou;

7. *Hĺbka, do akej miery by sa malo laboratórium zaoberať odhadom neistoty merania je rôzna pre rôzne technické oblasti. Do úvahy by mali byť brané nasledovné hľadiská:*
 - *„zdravý rozum“;*
 - *vplyv neistoty merania na výsledok;*
 - *vhodnosť;*
 - *klasifikácia stupňa presnosti pri odhade neistoty merania;*
8. *V niektorých prípadoch môže byť postačujúce uvádzať reprodukovateľnosť alebo medziľahlú mieru reprodukovateľnosti;*
9. *Pokiaľ odhad neistoty merania má nejaké obmedzenia, táto skutočnosť musí byť jasná pri uvádzaní neistoty;*
10. *Tam, kde sú už vyvinuté použiteľné a vhodné postupy pre odhad neistoty, nemali by byť už vyvíjané ďalšie.*

4 KRÁTKY SUMÁR GUM

GUM sa zakladá na dobre prepracovanej teórii, pomocou ktorej možno neistotu merania jednotne a opakovateľne vypočítať; GUM zároveň podporuje metrologickú nadväznosť. V nasledujúcom texte sa uvádza krátka interpretácia základných myšlienok a koncepcií.

Existujú tri úrovne GUM. Sú to základné koncepcie, odporúčania a postupy výpočtu (vyhodnotenia). Jednotnosť si vyžaduje, aby boli prijaté základné koncepty a aby sa dodržiavali odporúčania. Základný postup výpočtu uvedený v GUM, zákon o šírení neistoty, platí pre lineárne i nelineárne modely (pozri ďalej). Treba ho použiť, kdekoľvek je to vhodné, pretože sa dá ľahko a priamo aplikovať. V niektorých prípadoch však možno požadovať zložitejšie metódy, ako je napríklad expanzia vyššieho rádu modelu alebo šírenie distribúcie pravdepodobnosti.

Základné koncepty pri výpočte neistôt sú:

- *znalosť veličiny, ktorá ovplyvňuje meranú veličinu, je v podstate neúplná a môže sa vyjadriť funkciou hustoty pravdepodobnosti (PDF) pre hodnoty zodpovedajúce veličine podľa tejto znalosti;*
- *očakávaná hodnota tejto PDF sa berie ako najlepší odhad veličiny;*
- *štandardná odchýlka PDF sa berie ako štandardná neistota tohto odhadu;*
- *PDF sa zakladá na poznaní veličiny a možno ju odvodiť z:*
 - *opakovaných meraní - výpočet typu A;*
 - *vedeckého úsudku založeného na všetkých dostupných informáciách o možnej variabilite veličiny - výpočet typu B.*

Tento dokument interpretuje GUM ako založený na:

- modeli, pri ktorom sa berie do úvahy vzťah medzi vstupnými veličinami, ktoré ovplyvňujú meranú veličinu;
- korekciách zahrnutých do modelu korigujúcich systematické vplyvy. Korekcie takéhoto druhu sú podstatné pri dosahovaní nadväznosti na definované referenčné hodnoty (napr. CRM, postupy referenčného merania, jednotky SI);
- správach z výsledkov merania, ktoré uvádzajú hodnoty a kvantitatívnu indikáciu kvality výsledkov;
- ustanovení intervalu v okolí výsledkov merania, ak sa to požaduje, ktorý podľa očakávania bude zahŕňať veľkú časť hodnôt, ktoré odôvodnene možno priradiť k meranej veličine. Tento interval, často vyjadrený pod pojmom rozšírená neistota je veľmi vhodnou kvantitatívnou indikáciou kvality výsledkov. Rozšírená neistota sa často vyjadruje ako násobok štandardnej neistoty. Faktor, ktorým sa štandardná neistota násobí sa nazýva koeficient pokrytia k (pozri kap. 7).

Postup výpočtu sa skladá zo štyroch častí:

- Odvodenie modelu merania. Pretože vo všeobecnosti je toto najťažšia časť výpočtu, odporúča sa použitie vzťahu medzi príčinou a dôsledkom prepájajúcim vstupné veličiny s meranou veličinou.
- Ustanovenie funkcie hustoty pravdepodobnosti pre vstupné veličiny k modelu dané informáciou o týchto veličinách. V praxi často treba špecifikovať len očakávanú hodnotu a štandardnú odchýlku každej PDF, t. j. najlepší odhad každej veličiny a štandardnej neistoty spojenej s týmto odhadom.
- Šírenie neistoty. Základný postup (zákon šírenia neistoty) možno použiť pri lineárnych alebo lineárnych modeloch, ale platia pri ňom isté obmedzenia. Pracovná skupina Joint Committee for Guides in Metrology (JCGM) pripravuje smernicu pre všeobecnejšiu metódu (šírenie PDF), ktorá zahŕňa zákon šírenia neistoty ako špeciálny prípad.
- Uvedenie kompletného výsledku merania pozostávajúceho z najlepšieho odhadu hodnoty meranej veličiny, kombinovanej štandardnej neistoty spojenej s týmto odhadom a rozšírenej neistoty (kap. 7).

GUM poskytuje návod, ako uvádzať kompletne výsledky meraní v kap. 7 nazvanej „Uvádzanie neistoty“. Kap. 7 v tomto dokumente sa pridáva odporúčaní uvedených v GUM a obsahuje aj niektoré ďalšie podrobné inštrukcie. Všimnime si, že GUM umožňuje používať ako mieru neistoty kombinovanú štandardnú neistotu $u_c(y)$ alebo rozšírenú neistotu $U(y)$, t. j. polovicu šírky intervalu, ktorý má deklarovанú úroveň spoľahlivosti. Ak sa však používa rozšírená neistota, treba udať koeficient pokrytia, ktorý sa rovná pomeru $U(y)/u_c(y)$.

Na výpočet neistoty meranej veličiny Y musíme poznať iba

- model $Y = f(X_1, \dots, X_N)$;
- najlepší odhad x_i zo všetkých vstupných veličín X_i a
- neistoty $u(x_i)$ a korelačné koeficienty $r(x_i, x_j)$ spojené s x_i a s x_i a x_j .

Najlepší odhad x_i je očakávaná hodnota PDF pre X_i , $u(x_i)$ je štandardná odchýlka PDF a $r(x_i, x_j)$ je pomer kovariancie medzi x_i a x_j a súčinu štandardných odchýlok.

Na to, aby sa určila kombinovaná štandardná neistota $u_c(y)$ spojenú s výsledkom merania y nie sú potrebné ďalšie informácie o PDF. Na určenie polovičnej šírky intervalu s danou hodnotou spoľahlivosti, t. j. rozšírenej neistoty je potrebné poznať PDF. Toto si vyžaduje viac poznatkov, keďže dva parametre, hodnota očakávania a štandardná odchýlka plne nešpecifikujú PDF, pokiaľ nie je jasné, že sa jedná o normálne rozdelenie.

V kapitole 7 sa nachádzajú inštrukcie na výpočet rozšírenej neistoty v tých prípadoch, keď sa nepredpokladá, že meraná veličina Y pochádza z normálneho rozdelenia.

5 INŠTRUKTÁŽ K MERANIU A KVANTITATÍVNEMU SKÚŠANIU

5.1 Požiadavky

Norma ISO/IEC 17025 v podstate neuvádza nejaké nové požiadavky týkajúce sa neistoty merania, iba sa touto témou zaoberá podrobnejšie ako v predchádzajúcich verziách tejto normy:

5.4.6 Neistoty merania

5.4.6.1 *Kalibračné laboratórium alebo skúšobné laboratórium, ktoré vykonáva vlastné kalibrácie, musí mať a používať postupy na určenie neistoty merania pre všetky kalibrácie a druhy kalibrácií.*

5.4.6.2 *Skúšobné laboratóriá musia mať a používať postupy na určovanie neistoty meraní. V určitých prípadoch charakter skúšobnej metódy neumožňuje presný, metrologicky a štatisticky platný výpočet neistoty merania. V týchto prípadoch sa laboratórium musí aspoň pokúsiť identifikovať všetky zložky neistoty, urobiť ich primeraný odhad a musí zabezpečiť, aby forma prezentácie výsledku nevyvolala zlý dojem o neistote merania. Primeraný odhad musí vychádzať zo znalosti vlastností metódy, znalosti okruhu meraní a musí využiť napríklad predchádzajúce skúsenosti alebo údaje z validácie.*

Poznámka 1. - Dôkladnosť potrebná pri určovaní neistoty merania závisí od týchto zložiek:

- požiadavky skúšobnej metódy;
- požiadavky zákazníka;
- existencie úzkych hraníc, na ktorých sa zakladá rozhodovanie o zhode s požiadavkami.

Poznámka 2. - V prípadoch, kde uznávaná metóda stanovuje hranice hodnôt hlavných zdrojov neistoty merania a formu prezentácie vypočítaných výsledkov, laboratórium splnilo požiadavky tohto odseku, ak postupovalo podľa skúšobnej metódy a v protokole sa odvolalo na príslušné ustanovenia (pozri 5.10).

5.4.6.3 *Pri určovaní neistoty merania sa musia použitím vhodných analytických metód vziať do úvahy všetky dôležité zložky neistoty v danej situácii.*

Poznámka 1. - Do zdrojov prispievajúcich k neistote merania sa zahŕňajú (ale nemusia sa obmedziť len na) použité referenčné etalóny a referenčné materiály, použité metódy a zariadenia, podmienky prostredia, vlastnosti a stav predmetov na skúšanie alebo kalibráciu a technici - operátori.

Poznámka 2. - Predpokladané dlhodobé správanie (stálosť vlastností) predmetu alebo kalibrácie sa pri určovaní neistôt merania zvyčajne neberie do úvahy.

Poznámka 3. - Ďalšie informácie pozri v ISO 5725 a v pokynoch na vyjadrovanie neistôt meraní (pozri literatúra).

5.2 Špecifické problémy s vyhodnocovaním neistoty v skúšaní

Termíny „výsledok skúšania“ a „výsledok merania“ zodpovedajú dvom dobre definovaným koncepciám. V metrologii sa používa výraz meraná veličina ako je definované vo VIM (2, bod 2.6) a vo skúšobníctve dávame prednosť výrazu „charakteristika“ definovanému v ISO 3534-2 (6).

<p>Meraná veličina (VIM 2.6) Konkrétna veličina určená na meranie</p> <p>(merateľná) veličina (VIM 1.1) atribút javu, telesa lebo látky ktorý možno rozlíšiť kvalitatívne a určiť kvantitatívne</p>	<p>Charakteristika (ISO 3534) Vlastnosť na základe ktorej rozlišujeme prvky danej populácie</p>
---	--

Rozdiely v terminológii používanej pri meraní a skúšaní budú zrejmejšie, ak porovnáme definície obidvoch operácií.

<p>Meranie (VIM 2.1) Sústava operácií, ktorých cieľom je určiť hodnotu nejakej veličiny</p>	<p>Skúška (ISO/IEC Guide 2 (3)) Technická operácia, na základe ktorej sa určí jedna alebo viac charakteristík daného produktu, procesu alebo služby podľa určitého postupu</p>
--	---

Meraná veličina ako je definovaná vo VIM je preto špeciálnym prípadom charakteristiky definovanej podľa ISO 3535, a to v zmysle, že na dobre definovanú charakteristiku možno nazerať ako na meranú veličinu. Kvantitatívna charakteristika je kvantita v definícii VIM a v priebehu skúšky hodnota tejto veličiny bude určená meraním. Môžeme teda očakávať, že vlastnosti výsledkov merania a výsledkov kvantitatívnych skúšok budú rovnaké. Ďalej, v obidvoch prípadoch je podstatná vhodná definícia meranej veličiny a charakteristiky. „Vhodná“ v tomto prípade znamená dostatočne podrobná a týkajúca sa procesu merania alebo skúšania a niekedy týkajúca sa ďalšieho použitia výsledkov.

V praxi však v meraní (ako vidieť v kalibrácii a v skúšaní) existujú však významné rozdiely, ktoré ovplyvňujú odhady neistoty:

Merací proces obyčajne poskytuje výsledok, ktorý je v princípe nezávislý na meranej metóde, ak odhliadneme od rozdielných neistôt pri rozličných metódach. Napríklad by sme očakávali, že teploty namerané ortuťovým teplomerom a platínovým odporovým teplomerom budú rovnaké (do takej miery, aká vyplýva s nimi spojenými neistotami), ale neistota spojená s prvou hodnotou bude oveľa väčšia ako tá, ktorá je spojená s druhou hodnotou.

Výsledok skúšky vo všeobecnosti závisí od metódy a konkrétneho postupu použitými na určenie charakteristiky. V niektorých prípadoch táto závislosť je veľmi významná. Rozdielne skúšobné metódy môžu vo všeobecnosti dávať rozdielne výsledky, pretože charakteristika nemusí byť nevyhnutne dobre definovaná meraná veličina.

Pri *meracích postupoch* podmienky prostredia a výkonu merania sú buď udržiavané na štandardizovaných hodnotách alebo sú merané tak, aby bolo možné použiť korekčný faktor a prezentovať výsledky upravené na štandardizované podmienky. Napríklad pri meraní dĺžky treba merať teplotu meraného objektu, aby bolo možné korigovať výsledky na hodnoty teplotnej rozťažnosti. Pri meraní prietoku plynu teplotu a tlak treba udržiavať na daných hodnotách alebo ich treba merať a na základe ich hodnôt korigovať výsledky merania.

Metódy skúšania sa často stanovujú na základe konvencií. Tieto konvencie musia odrážať rozličné ciele:

- skúška sa musí vykonať v takých podmienkach, v akých sa produkt používa;
- podmienky, v ktorých sa skúška vykonáva, sú často kompromisom extrémnych podmienok;
- podmienky, za ktorých sa skúška vykonáva, musia byť v laboratóriu ľahko reprodukovateľné;
- konkrétne podmienky skúšok by sa mali udržiavať tak, aby variabilita výsledkov bola pod kontrolou.

Na dosiahnutie posledne spomínaného cieľa sú pre dané podmienky definované nominálne hodnoty a tolerancia. Často sa definuje teplota, pri ktorej sa má skúška vykonať, napr. $35^{\circ}\text{C}\pm 0,5^{\circ}\text{C}$. Nemožno však udržiavať všetky podmienky pod kontrolou. Z tohto dôvodu sa do výsledkov vnáša variabilita. Požadovanou vlastnosťou skúšobnej metódy je kontrolovať takúto variabilitu.

Pri skúškach sa na vyjadrenie výsledkov skúšok používa indikátor (taký ako fyzikálna veličina). Napríklad čas zápalu sa často používa ako indikátor skúšky zápalnosti. Neistota spojená s meraním času zápalu zväčšuje variabilitu výsledkov merania. Avšak takýto príspevok k variabilite je obyčajne menší než príspevky vyplývajúce zo skúšobnej metódy a nekontrolovaných podmienok. Treba sa však ubezpečiť, že je to tak.

Aby skúšobné laboratória mohli vyhodnotiť neistoty spojené s výsledkami skúšok, musia podrobne skúmať všetky aspekty skúšobných metód a prevládajúcich podmienok za ktorých sa tieto skúšky vykonávajú.

V podstate možno vytvoriť matematický model opisujúci postup skúšky, ako sa odporúča v GUM. Avšak takýto model sa možno nebude môcť vytvoriť z ekonomických alebo iných dôvodov. V takýchto prípadoch sa použije alternatívny postup. Hlavné zdroje variability sa môžu posúdiť v medzilaboratórnej štúdiu, ako sa uvádza v ISO 5725 [8], v ktorej možno získať odhady opakovateľnosti, reprodukovateľnosti a niekedy aj správnosti metódy.

Napriek vyššie uvádzanej terminológii na účely tohto dokumentu za výsledok kvantitatívnej skúšky sa považuje výsledok merania v tom zmysle, ako sa tom uvádza v GUM. Dôležitým rozdielom je to, že podrobný matematický model, ktorý opisuje všetky vplyvy na meranú veličinu, bude pri skúšaní pravdepodobne menej často možné použiť. Výpočet neistoty skúšania si možno bude vyžadovať požitie validácie a štúdie výkonnosti metódy, ako je to opísané v kap. 6.

6 POUŽITIE DÁT Z VALIDÁCIE A ÚDAJOV O VLASTNOSTIACH METÓDY PRE VYHODNOTENIE NEISTOTY

6.1 Zdroje z údajov o vlastnostiach metódy a validačných dát

Pozorované vlastnosti skúšobných metód sú často pri výpočte neistoty výsledkov podstatné (kapitola 4). Toto platí najmä vtedy, keď sú výsledky sú silne a nepredvídateľne ovplyvňované, čo možno priradiť náhodným efektom alebo v prípadoch, keď je určenie podrobného matematického modelu nepraktické. Dáta o vlastnostiach metódy často zahŕňajú súčasne účinok viacerých zdrojov neistoty a ich použitie môže značne zjednodušiť proces výpočtu neistoty. Informácie o vlastnostiach metódy sa obyčajne získavajú z:

- dát nazhromaždených počas validácie a verifikácie skúšobnej metódy ešte pred jej použitím v praxi;
- medzilaboratórnych štúdií podľa ISO 5725;
- dát získaných z interného riadenia kvality (zo skúšania kontrolných vzoriek);
- programov skúšok spôsobilosti ako opisuje EA-3/04 [10].

6.2 Dáta nazbierané počas validácie a verifikácie skúšobnej metódy pred použitím v prostredí skúšania

V praxi sa vhodnosť skúšobnej metódy použitej na rutinné skúšanie často kontroluje validáciou metódy a verifikačnými štúdiami. Takto získané dáta môžu slúžiť ako podklad na výpočet neistoty pre skúšobné metódy. Validačné štúdie pre kvantitatívne skúšobné metódy obyčajne určujú niektoré alebo všetky z nasledujúcich parametrov:

Presnosť. Štúdiu v laboratóriu sa dosiahne presnosť za podmienok opakovateľnosti a medziľahlých podmienok, ideálne počas dlhšieho času a pri rozličných operátoroch

a typoch testovaných predmetov. Zistená presnosť skúšobného postupu je základný prvok celkovej neistoty, či už určenej kombináciou individuálnych variabilít alebo štúdiom kompletnej metódy pri jej použití.

Bias. Bias skúšobnej metódy sa obyčajne určuje štúdiom relevantných referenčných materiálov alebo skúšobných vzoriek. Cieľom je obyčajne určiť a vylúčiť významný bias. Neistota spojená s určením biasu je vo všeobecnosti dôležitá zložka celkovej neistoty.

Linearita. Linearita je významná vlastnosť metód používaných na meranie veľkého rozsahu hodnôt. Korekcia pre významnú nelinearitu sa často robí použitím nelineárnych kalibračných funkcií alebo sa tento efekt eliminuje výberom obmedzeného operačného rozsahu. Všetky ostatné odchýlky od linearity sa normálne postačujúco korigujú použitím celkovo presných dát. Ak sú tieto odchýlky v porovnaní s neistotami spojenými s kalibráciou zanedbateľné, nevyžadujú sa dodatočné výpočty.

Schopnosť detekcie. Je možné stanoviť najnižšiu medzu „funkčnosti“ metódy. Získaná hodnota nie je priamo relevantná, pokiaľ ide o výpočet neistoty. Neistota v oblasti najnižšej hranice bude pravdepodobne významná v porovnaní s hodnotou výsledku, čo vedie k praktickým ťažkostiam pri výpočte a uvádzaní neistoty. Pri spracovaní výsledkov a pri podávaní správ o výsledkoch v tejto oblasti sa odporúča odvolávať sa na vhodnú dokumentáciu [13].

Selektivita a špecificita. Tieto výrazy sa vzťahujú na schopnosť skúšobnej metódy reagovať na príslušnú meranú veličinu, ak sa tam vyskytujú nepriaznivé vplyvy, čo je mimoriadne dôležité pri skúšaní v chémii. Ide tu však o kvalitatívne koncepty, ktoré neposkytujú priamo informáciu o neistote, hoci v zásade vplyv takýchto účinkov možno zahrnúť do výpočtu neistoty [12].

Robustnosť. Vývoj mnohých metód alebo validačné protokoly vyžadujú, aby sa pre jednotlivé parametre priamo skúmala citlivosť. Údaje o odolnosti metódy (robustnosti) poskytujú teda informáciu o vplyve dôležitých parametrov, čo je mimoriadne dôležité pri určovaní, či je daný vplyv dôležitý [13].

Experimentálne štúdium vlastností metódy treba uskutočňovať dôkladne, najmä:

- Podstatná je *reprezentatívnosť*: pokiaľ sa to dá, štúdie treba vykonávať tak, aby poskytovali realistický prehľad o počte a rozsahu vplyvov vyskytujúcich sa počas normálneho použitia metódy, ako aj o rozsahu hodnôt a typov vzoriek nachádzajúcich sa v rozsahu použitia danej metódy. V tomto ohľade je mimoriadne vhodný odhad presnosti pokrývajúcej široký rozsah zdrojov variability.
- Ak existujú faktory, ktoré by mohli vplyvať na meranie, treba ich vplyvy brať do úvahy. To možno zabezpečiť náhodným výberom z rozličných úrovní ovplyvňujúcich parametrov alebo starostlivým vypracovaním návrhu, aby sme dostali informáciu o rozptyle a aj o kovariancii.
- Pri štúdiu celkového biasu je dôležité, aby referenčné materiály a hodnoty boli relevantné s ohľadom na používané skúšané materiály v rutinnej praxi.

Aby sa zabezpečilo, že sa zväžia a vyhodnotia všetky relevantné faktory, je potrebné pripraviť dôkladný experimentálny návrh.

6.2.3 Všeobecné princípy použitia údajov z aplikácie validácie a vlastností metódy pri výpočte neistoty sa podobajú princípom používaným pri údajoch o vlastnostiach metódy (ako je uvedené vyššie). Je však pravdepodobné, že dostupné informácie o vlastnostiach budú pokrývať menej príspevkov. Z toho dôvodu bude potrebný ďalší výpočet (odhad). Typický postup je takýto:

- Pri štúdiu celkového biasu je dôležité, aby referenčné materiály a hodnoty boli relevantné s ohľadom na používané skúšané materiály v rutinej praxi.
- Zostavíme zoznam zdrojov neistoty. Obyčajne je vhodné zahrnúť doň niektoré merané veličiny, ktoré sa udržiavajú počas skúšania na konštantnej hodnote a zahrnúť vhodné prvky presnosti, aby sme takto zobrali do úvahy variabilitu jednotlivých meraní alebo skúšobnej metódy ako celku. Diagram príčin a následkov [13] je veľmi vhodný spôsob ako zosumarizovať zdroje neistoty, pretože ukazuje, ako spolu súvisia a naznačuje ich vplyv na neistotu spojenú s výsledkom.
- Zhromaždiť dostupné údaje o vlastnostiach metódy a údaje o kalibrácii.
- Skontrolovať, ktoré zdroje neistoty dostupné údaje zohľadňujú. Vo všeobecnosti nie je nevyhnutné získať oddelene vplyvy všetkých príspevkov. Ak k celkovému výkonu prispieva viac vplyvov, možno predpokladať, že všetky také vplyvy budú vzaté do úvahy. Presné údaje týkajúce sa širokej škály zdrojov rozptylu sú preto obzvlášť užitočné, lebo obyčajne zahrnujú viacero vplyvov súčasne (je potrebné si povšimnúť, že vo všeobecnosti samostatné údaje o presnosti nepostačujú, pokiaľ by ostatné faktory neboli posúdené a preukázané ako zanedbateľné).
- Pre akékoľvek zdroje neistoty, ktoré nie sú adekvátne pokryté existujúcimi údajmi treba hľadať dodatočné informácie z literatúry alebo z existujúcich údajov (certifikáty, údaje o prístrojoch, atď.) alebo naplánovať také experimenty, ktoré nám dodatočné údaje poskytnú.

6.3 Medzilaboratórna štúdia vlastností metódy podľa ISO 5725 alebo ekvivalentnej normy

Z medzilaboratórnych štúdií podľa ISO 5725 obyčajne môžeme získať štandardnú odchýlku opakovateľnosti s_r a štandardnú odchýlku reprodukovateľnosti s_R (obidve ako ich definuje ISO 3534-1 [5]) a môžu poskytnúť aj odhad správnosti (meranej ako bias známej referenčnej hodnoty). Aplikácia týchto údajov pri výpočte neistoty skúšania sa podrobne preberá v ISO TS 21748 [9]. Všeobecné princípy sú tieto:

- i) Stanovenie do akej miery sú relevantné údaje o vlastnostiach metódy. Sekcia 6.2 tohto dokumentu obsahuje detaily požadovaných kritérií.
- ii) Stanovenie do akej miery sú vhodné údaje o vlastnostiach metódy pre nejaký predmet skúšky, a to určením rozdielov v spracovaní vzorky, vzorkovaní alebo očakávanej úrovne odpovede medzi predmetom laboratórnej skúšky a tými predmetmi skúšky, ktoré sa skúmajú v kolaboratívnej štúdii. Ako nevyhnutné sa

môže ukázať upravenie štandardnej odchýlky reprodukovateľnosti, čím by sa brali do úvahy napríklad zmeny presnosti v závislosti na úrovni odpovede.

- iii) Určenie a výpočet dodatočných neistôt spojených faktormi, ktoré neboli adekvátne pokryté medzilaboratórnou štúdiou (pozri 6.3.2).
- iv) Použitie princípov GUM na skombinovanie významných príspevkov k neistote, vrátane štandardnej odchýlky reprodukovateľnosti (v prípade potreby upravenej), akejkolvek neistoty spojené s biasom skúšobnej metódy a s neistotami vyplývajúcimi z dodatočných efektov zistenými podľa iii).

Tieto princípy sa dajú aplikovať na skúšobné metódy, ktoré boli podrobené medzilaboratórnej štúdiu. Pre tieto prípady sa odporúča ISO TS 21748 z dôvodov detailnejších informácií o relevantnom postupe. Inštrukcie o aplikácii údajov z medzilaboratórnej štúdie v chemickom skúšobníctve možno nájsť aj v EURACHEM/CITAC.

6.3.2 Dodatočné zdroje (6.3.1 iii)), ktorým treba venovať zvláštnu pozornosť, sú:

- Vzorkovanie. Kolaboratívne štúdie zriedkakedy berú do úvahy vzorkovanie. Ak metóda používaná v organizácii obsahuje aj výber analytickej vzorky (sub-sampling) alebo meraná veličina je zhlukom vlastností malej vzorky, treba skúmať následky vzorkovania zahrnúť aj tento vplyv.
- Príprava vzorky. Vo väčšine štúdií sa vzorky homogenizujú a môžu sa pred distribúciou dodatočne stabilizovať. Možno byť nevyhnutné skúmať a zahrnúť účinky postupov „in-house“ prípravy vzorky.
- Bias. Bias metódy sa skúma pred medzilaboratórnou štúdiou alebo počas nej, kde je to možné porovnaním s referenčnou metódou alebo referenčnými materiálmi. Kde sú bias, štandardné neistoty spojené s použitými referenčnými hodnotami a štandardná neistota spojená s odhadovaným biasom malé v porovnaní so štandardnou odchýlkou reprodukovateľnosti, netreba k neistote spojené s biasom metódy pridávať nijaké hodnoty. V opačnom prípade je nutné tak spraviť.
- Variabilita podmienok. Laboratóriá zúčastňujúce sa v štúdiu môžu mať tendenciu upravovať výsledky v medziach priemerných experimentálnych podmienok, čo môže mať za dôsledok, že rozsah výsledkov získaných príslušnou metódou, je podhodnotený. Kde sa takéto efekty preskúmali a ukázali sa byť nevýznamné v celom ich dovolenom rozsahu, netreba nič modifikovať.
- Zmeny typov vzoriek. Pokiaľ sa vyskytnú vzorky, ktorých vlastnosti nie sú pokryté štúdiou, musí sa neistota vyplývajúca z týchto vzoriek brať do úvahy.

6.4 Dáta z procesu riadenia kvality skúšania alebo merania

6.4.1 Výkon mnohých skúšok alebo meraní sa kontroluje tak, že sa periodicky vykoná meranie stabilného, ale inak typického skúšobného predmetu, aby sa identifikovali odchýlky od normálneho stavu. Údaje, ktoré takto získame za dlhé časové obdobie sú cenným zdrojom údajov na výpočet neistoty. Štandardná odchýlka od takého súboru údajov poskytuje kombinovaný odhad variability z mnohých jej potenciálnych zdrojov.

Z toho vyplýva, že ak sa použijú rovnakým spôsobom ako údaje z výkonnosti skúšky (pozri vyššie), štandardná odchýlka predstavuje základ na výpočet neistoty zahrňujúcej väčšinu variability, čo by inak bolo treba vypočítať zo separátnych vplyvov.

- 6.4.2 Údaje z interného riadenia kvality (QC) takéhoto druhu vo všeobecnosti nebudú zahŕňať výber analytickej vzorky (sub-sampling), vplyv rozdielov medzi predmetmi skúšok, vplyvy zmeny úrovne odpovede alebo nehomogenitu predmetov skúšky. Údaje QC potom možno s opatnosťou použiť na podobné materiály s prihliadnutím na ďalšie relevantné vplyvy.
- 6.4.3 Pred výpočtom štandardnej odchýlky treba vylúčiť také údaje QC, pre ktoré vzniklo podozrenie zo zamietnutia merania a skúšobných výsledkov a potreby prijímania nápravných činností.

6.5 Dáta zo skúšania spôsobilosti

- 6.5.1 Prostredníctvom skúšok spôsobilosti sa pravidelne kontroluje celková výkonnosť laboratória. Na tento účel je najlepšie použiť EA-3/04 [10] a odkazy v ňom citované. Výsledky laboratória z jeho účasti na skúškach spôsobilosti možno použiť na kontrolu výpočtu neistoty, keďže táto neistota by mala byť kompatibilná s rozptylom výsledkov získaných laboratóriom vo viacerých kolách skúšok spôsobilosti.
- 6.5.2 Vo všeobecnosti sa skúšky spôsobilosti nevykonávajú dostatočne často na to, aby sa na ich základe mohla posúdiť správnosť zavedenia nejakej skúšobnej metódy v laboratóriu. Navyše charakter kolujúceho skúšaného predmetu sa bude obyčajne meniť podobne ako aj očakávané výsledky. Je teda ťažké zhromaždiť reprezentatívne údaje pre dobre charakterizované skúšobné predmety. Okrem toho mnohé programy používajú pri hodnotení laboratórií konsenzné hodnoty, ktoré občas vedú k anomálnym výsledkom u jednotlivých laboratórií. Ich použitie pri výpočte neistoty je teda obmedzené. Avšak v špeciálnych prípadoch, kde:
- typy skúšaných predmetov používaných v danom programe sú podobné ako typy, ktoré sú skúšané rutinne;
 - určené hodnoty v každom kole sú nadviazané na vhodné referenčné hodnoty;
 - neistota spojená s určenou hodnotou je malá v porovnaní s pozorovaným rozptylom výsledkov,

rozptyl rozdielov medzi uvádzanými hodnotami a určenými hodnotami získané v opakovaných kolách poskytujú základ na výpočet neistoty vyplývajúcej z tých častí merania, ktoré sa nachádzajú v rámci rozsahu daného programu.

- 6.5.3 Systematická odchýlka od nadviazaných určených hodnôt a ľubovoľné ďalšie zdroje neistoty (také, aké sa spomínali v súvislosti s použitím údajov medzilaboratórnej štúdie získaných v súlade s ISO 5725) sa tiež musia brať do úvahy.

6.5.4 Je pochopiteľné, že vyššie udávaný postup je relatívne obmedzený. Najnovšie inštrukcie z EUROLAB [14] hovoria, že pri predbežnom odhade neistoty údaje zo skúšok spôsobilosti by sa niekedy dali aplikovať v širšom rozsahu.

6.6 Významnosť príspevkov k neistote

6.6.1 Nie všetky zdroje zistené počas výpočtu budú predstavovať významný príspevok ku kombinovanej neistote; v praxi len malý počet zdrojov bude mať významný príspevok. Tých málo zdrojov si vyžaduje dôkladné preskúmanie, aby sa dal spoľahlivo zistiť ich príspevok. Treba urobiť predbežný odhad príspevku každého zdroja alebo kombinácie zdrojov, ak je to potrebné aj pomocou rozhodnutia, pričom treba venovať pozornosť tým najvýznamnejším.

6.6.2 Pri rozhodovaní o tom, či príspevok k neistote možno zanedbať, treba zvážiť:

- Relatívnu veľkosť najväčšieho a menšieho z príspevkov. Napríklad príspevok, ktorý predstavuje jednu pätinu najväčšieho príspevku bude prispievať najviac 2% ku kombinovanej štandardnej neistote.
- Vplyv uvádzanej neistoty. Je nerozumné robiť aproximácie, ktoré materiálne ovplyvňujú uvádzanú neistotu alebo interpretáciu výsledkov.
- Stupeň presnosti s akou chceme vypočítať neistotu berúc do úvahy zákazníkove a iné externé požiadavky, ako aj požiadavky predpisov zistené napríklad počas preskúmania kontraktu.

6.7 Použitie údajov z predchádzajúcej štúdie

Nato, aby sme mohli použiť výsledky predchádzajúcich štúdií metódy na výpočet neistoty, je nevyhnutné preukázať vhodnosť použitia predchádzajúcich výsledkov. Obyčajne to bude pozostávať z:

- preukázania skutočnosti, že sa dá dosiahnuť presnosť porovnateľná s presnosťou dosiahnutou predtým;
- preukázania skutočnosti, že použitie predchádzajúcich údajov o biase je oprávnené, typicky určením biasu prostredníctvom relevantných referenčných materiálov (pozri napríklad ISO Guide 33 [4]), uspokojivými výsledkami v programoch skúšok spôsobilosti alebo v iných medzilaboratórnych porovnaníach;
- trvalým fungovaním v rámci štatistickej kontroly, čo preukazujú pravidelné výsledky vzoriek QC a zavedenie účinných postupov na zabezpečenie analytickej kvality.

Ak sa vyššie uvedené podmienky splnia a metóda sa používa v rámci svojho rozsahu a oblasti aplikácie, v podstate možno akceptovať údaje z predchádzajúcich štúdií (vrátane validačných štúdií) priamo pri výpočte neistoty v danom laboratóriu.

Pre metódy používané v medziach svojho definovaného rozsahu za predpokladu, že potvrdzujúce štádium preukazuje, že boli zahrnuté všetky identifikované zdroje do validačnej štúdie alebo keď sa ukázalo, že príspevky z ostávajúcich zdrojov sú

zanedbateľné, štandardnú odchýlku reprodukovateľnosti s_R možno použiť ako kombinovanú štandardnú neistotu.

Ak existujú nejaké významné zdroje neistoty, ktoré nie sú zahrnuté do validačnej štúdie, ich príspevky sa vypočítajú každý zvlášť a kombinujú sa so s_R , aby sa dosiahla celková neistota.

7 OZNAMOVANIE VÝSLEDKOV KVANTITATÍVNYCH SKÚŠOK

Výsledkom kvantitatívnej skúšky je vždy hodnota, ktorá by prednostne mala byť vyjadrená v jednotkách SI. Návod, ktorý je uvedený v tejto časti by mal byť dodržaný pokiaľ sa s výsledkom bude uvádzať k nemu patriaca neistota (viď ISO/IEC 17025).

- 7.1 Ako náhle sa vypočíta rozšírená neistota pre špecifickú úroveň spoľahlivosti (spravidla 95%), výsledok skúšky y a rozšírená neistota U by mali byť uvádzané ako $y \pm U$ zároveň s údajom o spoľahlivosti. Tento údaj závisí od povahy rozdelenia pravdepodobnosti; niektoré príklady sú uvedené nižšie.

Všetky ustanovenia, ktoré sú vzťahnuté na 95% úroveň pravdepodobnosti vyžadujú modifikáciu ak sa požaduje iná úroveň pravdepodobnosti.

7.1.1 Normálne rozdelenie

Vo všeobecnosti je dôveryhodné predpokladať normálne rozdelenie z pohľadu použitia intervalu pokrytia pri 95% úrovni spoľahlivosti pokiaľ model je lineárny z hľadiska vstupných veličín a platí jedna z nasledujúcich možností:

1. Prítomný je jeden dominantný príspevok k neistote, ktorý vychádza z normálneho rozdelenia a zodpovedajúci stupeň voľnosti presahuje 30.
2. Tri najväčšie príspevky k neistote sú porovnateľnej veľkosti.
3. Tri najväčšie príspevky sú porovnateľnej veľkosti a efektívny stupeň voľnosti³ presahuje 30.

V takýchto prípadoch sa môže uviesť nasledovné vyhlásenie:

Uvádzaná rozšírená neistota vychádza zo štandardnej neistoty, ktorá je vynásobená koeficientom pokrytia $k = 2$, ktorý v prípade normálneho rozdelenia poskytuje úroveň spoľahlivosti približne 95%.

Poznámka: O normálnom rozdelení nemožno uvažovať, ak model je v používanom rozsahu významne nelineárny, obzvlášť v prípade keď neistoty vstupných hodnôt sú veľké v porovnaní so samotnými vstupnými hodnotami. V takýchto prípadoch je potrebné sa oprieť o viac pokročilejšie postupy uvedené napríklad v GUM.

³ Efektívny stupeň voľnosti sa môže odhadnúť jedným z nasledovných postupov:

- bráním efektívneho stupňa voľnosti pre jeden, dominantný príspevok
- použitím Welch - Satterthwaitovho vzorca, ktorý je uvedený v GUM a EA-4/02
- (približne, odhadom) bráním do úvahy počet stupňov voľnosti pre najväčšie rozdelenie

7.1.2 t - rozdelenie

t - rozdelenie možno zvažovať v takých prípadoch, keď platia podmienky pre normalitu ale stupeň voľnosti je menší ako 30. V takýchto prípadoch (v ktorých príslušné numerické hodnoty sú nahradené XX a YY) môže byť uvedené nasledovné vyhlásenie:

Uvádzaná rozšírená neistota vychádza zo štandardnej neistoty, ktorá je vynásobená faktorom pokrytia $k = XX$, ktorý pre t -rozdelenie s $v_{eff} = YY$ efektívnymi stupňami voľnosti poskytuje úroveň spoľahlivosti približne 95%.

7.1.3 Dominantné príspevky s nenormálnym rozdelením v odhadoch neistoty typu B

Pokiaľ neistota spojená s výsledkom merania je významne ovplyvnená príspevkom zo vstupnej veličiny, ktorá nemá normálne rozdelenie a príspevok je tak veľký, že normálne alebo t - rozdelenie nemožno zvažovať ani po kombinácii tejto veličiny s ostatnými, musí sa venovať zvýšená pozornosť pri určovaní faktora pokrytia, ktorý poskytuje spoľahlivosť na úrovni približne 95%. v aditívnom modeli, napríklad keď meraná veličina sa môže vyjadriť ako lineárna kombinácia vstupných veličín funkcia hustoty pravdepodobnosti (PDF) pre meranú veličinu sa môže získať kombináciou, napríklad propagáciou (šírením) funkcií hustoty pravdepodobnosti pre vstupné veličiny. Dokonca pre takýto prípad a takmer vždy pokiaľ ide o nelineárny model môže byť matematika veľmi obťažná. Praktickým prístupom je predpokladať, že výsledné rozdelenie bude len málo odlišné od toho, ktoré platí pre dominantnú zložku.

V mnohých prípadoch rovnomerné rozdelenie sa určí ako dominantné pre vstupnú veličinu. V takom prípade sa rovnomerné rozdelenie môže byť priradené meranej veličine. Rozšírená neistota na 95% úrovni spoľahlivosti sa potom získa vynásobením kombinovanej neistoty hodnotou $0,95 \cdot \sqrt{3} = 1,65$. V takýchto prípadoch sa môže uviesť nasledovné vyhlásenie:

Uvádzaná rozšírená neistota je ovplyvnená jednou zložkou neistoty, pre ktorú sa uvažuje rovnomerné rozdelenie. Faktor pokrytia 1,65 ($=0,95 \cdot \sqrt{3}$) sa použil z tohto dôvodu pre poskytnutie úrovne spoľahlivosti približne 95%.

- 7.2 Pre účely tohto dokumentu pojem „približne“ sa interpretuje v zmysle „efektívne“ alebo „z praktických dôvodov“.
- 7.3 Mal by sa uviesť tiež odkaz na metódu, ktorá sa použila pri odhade neistôt.
- 7.4 V niektorých situáciách skúšania nemožno vyhodnotiť metrologicky správne numerické hodnoty pre každú zložku neistoty; v takýchto prípadoch musia byť uvedené odkazy, aby bolo jasné akým spôsobom bola neistota vyhodnotená. Napríklad, musí sa jasne uviesť, ak sa neistota zakladá len na opakovateľnosti bez zvažovania ďalších faktorov.

7.5 Pokiaľ sa úplne neberie do úvahy neistota vzorkovania, musí byť jasne uvedené, že výsledok a s ním spojená neistota sa vzťahuje len na skúšanú vzorku a nie na celú šaržu, z ktorej bola odobratá.

7.6 Počet desiatkových číslíc, na ktoré sa uvádza neistota by mal vždy odrážať praktické možnosti merania. Z pohľadu procesu vyhodnocovania neistôt je málokedy potrebné ich uvádzať na viac ako dve platné číslice. Často postačuje uviesť neistotu na jedno platné číslo. Podobne numerická hodnota výsledku by mala byť zaokrúhľená tak, aby posledná desiatková číslica zodpovedala poslednej číslici uvádzanej neistoty. Normálne pravidlá zaokrúhľovania by mali byť aplikované v oboch prípadoch.

Napríklad, ak sa dosiahne výsledok 123,456 jednotiek a odhadnutá neistota je 2,27 jednotiek, pri použití dvoch platných desiatkových číslíc bude výsledok 123,5 jednotiek $\pm 2,3$ jednotiek.

7.7 Výsledok skúšky sa všeobecne môže vyjadriť ako $y \pm U$. Avšak sa môžu vyskytnúť situácie kedy horné a dolné hranice sú rozdielne; napríklad ak sa zahŕňajú kosínusové chyby. Pokiaľ sú rozdiely malé z praktických dôvodov je vhodné z oboch hodnôt uviesť ako rozšírenú neistotu väčšiu z nich (\pm väčšia hodnota). Avšak, ak medzi hodnotami sú významné rozdiely musia byť obidve vyhodnocované a uvádzané separátne. Toto sa môže dosiahnuť, napríklad, stanovením menšieho intervalu pokrytia na požadovanej úrovni spoľahlivosti vo funkcii hustoty pravdepodobnosti pre danú meranú veličinu.

Napríklad, v prípade neistoty +6,5 jednotiek a -6,7 jednotiek, z praktických dôvodov je vhodné uviesť $\pm 6,7$ jednotiek. Pokiaľ však hodnoty boli +6,5 jednotiek a -9,8 jednotiek, tieto by mali byť uvádzané separátne, napríklad ako +6,5 jednotiek; -9,8 jednotiek.

8 POSTUPNOSŤ IMPLEMENTÁCIE KONCEPTU NEISTOTY

Poznatky matematického modelovania a stanovenia rôznych činiteľov ovplyvnenia sú vo všeobecnosti rozdielne v rôznych oblastiach skúšania.

Táto skutočnosť sa musí brať do úvahy pri implementácii ISO/IEC 17025. Od laboratórií sa vo všeobecnosti neočakáva iniciovanie vedeckého výskumu spojeného s odhadom neistoty ich meraní a skúšok. Príslušné požiadavky akreditujúcich osôb (akreditačných orgánov) by mali byť prispôbené k aktuálnemu stavu vedomostí v príslušnej oblasti skúšania.

Ak nie je dostupný matematický model pre odhad neistoty, laboratórium môže:

- zosumarizovať tie príspevky a parametre, u ktorých sa predpokladá, že majú významný vplyv na neistotu a odhadnúť ich príspevok k celkovej neistote
- použiť údaje opakovateľnosti a reprodukovateľnosti, ktoré môžu byť dostupné z validácie, interného zabezpečenia kvality a medzilaboratórnych porovnaní
- odkázať sa na dáta alebo postupy špecifikované v relevantnej norme uvádzajúcej príslušný skúšobný postup

- využiť kombináciu postupov uvedených vyššie

Laboratóriá by mali, tak kde je to vhodné, vynaložiť úsilie na vylepšenie ich postupu odhadu neistoty, pričom by mali brať do úvahy, napríklad:

- aktuálne dáta z interného zabezpečenia kvality s rozšírením štatistických postupov na odhad neistoty
- aktuálne výsledky z účasti na medzilaboratórnych porovnaniach alebo skúškach spôsobilosti
- revízie relevantných noriem
- špecifické návodové dokumenty pre príslušnú oblasť skúšania

Z tohto dôvodu by akreditujúce osoby mali byť schopné predefinovať ich požiadavky týkajúce sa neistoty merania v súlade s vývojom poznatkov v danej oblasti. V dlhodobom horizonte by sa mali rozdiely v postupoch pri odhade neistoty v rôznych sektoroch činností znižovať. Avšak laboratóriá by si mali vybrať čo najviac vyhovujúci prístup v ich oblasti pôsobnosti a odhadnúť neistotu merania v rozsahu, ktorý je vhodných pre zamýšľané použitie.

9 VÝHODY VYHODNOTENIA NEISTOTY PRE SKÚŠOBNÉ LABORATÓRIÁ

Hoci odhad neistoty je časovo náročný, má v skúšobníctve niekoľko výhod:

- neistota merania, ako kvantitatívna hodnota napomáha v takých dôležitých oblastiach, ako je riadenie rizika a vierohodnosť výsledkov skúšok
- uvádzanie neistoty môže byť priamo konkurenčnou výhodou, pretože predstavuje pridanú hodnotu a rozširuje informácie o výsledku
- poznatok o kvantitatívnych príspevkoch jednotlivých zložiek na výsledok skúšky zvyšuje spoľahlivosť skúšobného postupu. Nápravné opatrenia môžu byť realizované efektívnejšie a preto sa stávajú finančne prijateľnejšími
- odhad neistoty merania dáva základ pre optimalizáciu skúšobných postupov z dôvodu ich lepšieho pochopenia a hlbšieho poznania
- klienti, ako napríklad certifikačné orgány pre výroby, vyhlasujúce zhodu so špecifikáciami, potrebujú informáciu o neistote spojenej s výsledkami
- náklady na kalibráciu sa môžu znížiť, pokiaľ sa pri hodnotení jednotlivých príspevkov preukáže, že nemajú významný vplyv na veľkosť neistoty

10 ODKAZY

[1] Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement. BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML. International Organization for Standardization, Printed in Switzerland, ISBN 92-67-10188-9, First Edition, 1993. Corrected and reprinted 1995.

[2] International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology (VIM). International Organization for Standardization, 1993 (under revision).

[3] ISO/IEC Guide 2:1996, Standardization and related activities - General vocabulary

- [4] ISO Guide 33:2000, Uses of certified reference materials
- [5] ISO/IEC 3534-1:1994, Statistics - Vocabulary and symbols Part 1: Probability and general statistical terms
- [6] ISO/IEC 3534-2:1994, Statistics - Vocabulary and symbols Part 2: Statistical quality control
- [7] ISO/IEC 17025:1999, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
- [8] ISO/IEC 5725: 1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results
- [9] ISO/TS 21748: 2002, - Guide to the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty evaluation
- [10] EA-3/04, Use of Proficiency Testing as a Tool for Accreditation in Testing (with EUROLAB and EURACHEM) Aug 2001
- [11] EA-4/02 Expression of the Uncertainty of Measurements in Calibration (including supplements 1 and 2 to EA-4/02) (*previously EAL-R2*), Dec 1999
- [12] EURACHEM / CITAC Guide CG 4, Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement (second edition) 2000
- [13] EURACHEM, The Fitness for Purpose of Analytical Methods (ISBN 0- 948926-12-0) 1998
- [14] EUROLAB, Technical report No.1/2002, June 2002.
- [15] ILAC G17:2002, Introducing the Concept of Uncertainty of Measurement in Testing in Association with the Application of the Standard ISO/IEC 17025, November 2002

11 LITERATÚRA

AFNOR FD X 07-021 Métrologie et application de la statistique – Aide à la démarche pour l'évaluation et l'utilisation de l'incertitude des mesures et des résultats d'essais (1999) (Help to the process for the evaluation and the use of the measurement and test result uncertainty)

S L R Ellison, V Barwick. Accred. Qual. Assur. (1998) 3 101 – 105.

12 PRÍLOHA

Katalóg dokumentov (normatívnych a nenormatívnych, platných, alebo ktoré sú v procese prípravy), ktoré sa zoberajú neistotou merania (Dokument vytvorený CEN/WG 122 a skupinou EA „neistota“) pripravený Berndom Siebertom.

Príloha: Abecedný zoznam dokumentov

CEAL	Measurement uncertainty for environmental laboratories
CEN 12282	In vitro diagnostic medical devices- Measurement of quantities in samples of biological origin – Description of reference materials
CEN ISO 18153	In vitro diagnostic medical devices- Measurement of quantities in samples of biological origin – Metrological traceability of values for catalytic concentration of enzymes assigned to calibration and control materials.
CEN/ISO 17511	In vitro diagnostic medical devices- Measurement of quantities in samples of biological origin – Metrological traceability of values assigned to calibration and control materials.
CLAS Reference Document 5	General Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of Accredited laboratories' Measurement Results.
DIN (DRAFT) 32646	Chemische Analyse -Erfassungs- und Bestimmungsgrenze als Verfahrenskenn-größen - Ermittlung in einem Ringversuch unter Vergleichs-bedingungen - Begriffe, Bedeutung, Vorgehensweise
DIN 1319 Teil 3 Teil 4	DIN 1319 Teil 3."Auswertung v. Messungen einer einzelnen Messgröße, Messunsicherheit"; DIN 1319 Teil 4 "Behandlung von Unsicherheiten bei der Auswertung von Messungen"
DIN 32645	Chemische Analytik -Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze - Ermittlung unter Wiederholbedingungen - Begriffe, Verfahren, Auswertung
DIN 51309	Kalibrierung von Drehmomentmessgeräten für statische Drehmomente (Februar 1998)
DIN 58932-3	Haematology- Determination of the concentration of blood corpuscles- Par 3 Determination of the concentration of erythrocytes; Reference method
DIN 58932-4	Haematology- Determination of the concentration of blood corpuscles- Part 4: Determination of leucocytes; reference method
DKD R 7-1	Kalibrierung elektronischer nichtselbsttätiger Waagen
DKD R 7-1 Blatt 1 bis 3	Kalibrierung elektronischer nichtselbsttätiger Waagen
EA-10/03	Calibration of Pressure Balances (July 1997)
EA-10/04	Uncertainty of Calibration Results in Force Measurement (August 1996)
EA-10/14	EA Guidelines on the Calibration of Static Torque Measuring Devices (June 2000)
EA-4/02	Expression of the uncertainty of measurement in Calibration
EA-4/02 / DKD-3, E1	Angabe der Meßunsicherheit bei Kalibrierungen / Expression of the Uncertainty of Measurements in Calibration

EN 13274-1 to -8	Respiratory protective devices – Methods of test – Parts 1 to 8
EN 550(1984), EN 552 (1984), EN 554(1984), EN ISO 14967 (2000) and EN ISO 14160(1998)	Sterilization of medical devices (CEN/TC 204)
EN 875, EN 876, EN 895, EN 910, EN 1043-1, EN 1043-2, EN 1321, EN 1320, PrEN ISO 17641-2, prEN ISO 17641-3	Destructive testing of welds (CEN/TC 121/SC 5)
EN 970, EN 1290, EN 1435, EN 1713, EN 1714	Non-destructive testing of welds (CEN/TC 121/WG 13)
EN ISO 14253-1	Geometrical product specification (GPS). Inspection by measurement of workpieces and measuring equipments. Part 1 : decision rules for proving conformance or non-conformance with specifications.
EN ISO 4259	Petroleum products - Determination and application of precision data in relation to methods of test
EN 12286	In vitro diagnostic medical devices- Measurement of quantities in samples of biological origin – Presumptions of reference measurement procedures.
EN 24185	Measurement of liquid flow in closed conduits - Weighing method (ISO 4185:1980)
EN 29104	Measurement of fluid flow in closed conduits -- Methods of evaluating the performance of electromagnetic flow-meters for liquids
EN ISO 2922	Acoustics – Measurement of noise emitted by vessels on inland water ways and harbours
EN ISO 4871	Acoustics – Declaration and verification of noise emission values of machinery and equipment
EN ISO 5167	Measurement of fluid flow by means of pressure differential devices - Part 1: Orifice plates, nozzles and Venturi tubes inserted in circular cross-section conduits running full
EN ISO 6817	Measurement of conductive liquid flow in closed conduits - Methods using electromagnetic flow-meters (ISO 6817:1992)
EN ISO 9300	Measurement of gas flow by means of critical flow Venturi nozzles
EN ISO-8316	Measurement of liquid flow in closed conduits - Method by collection of the liquid in a volumetric tank (ISO 8316:1987)
ENV ISO 13530	Water Quality – Guide to analytical quality control for water analysis (ISO/TR 13530:1997)
EURACHEM	Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement

EUROLAB	EUROLAB Technical Report “Measurement Uncertainty – a collection for beginners”
FD X 07-021	Fundamental standards - Metrology and statistical applications - Aid in the procedure for estimating and using uncertainty in measurements and test results (AFNOR)
GUM	Guide to the Expression of uncertainty in measurement
Hanser Verlag	Method for the estimation of uncertainty of hardness testing machines; PC file for the determination (NOTE: This is a comprehensive technical book, but not discussed in the context of this inventory.)
ISO TS 14253-2	GPS - Inspection by measurement of workpieces and measuring equipment -- Part 2: Guide to the estimation of uncertainty in GPS measurement, in calibration equipment and in product verification
ISO 11200-ISO 11205	Acoustics – Determination of emission sound pressure levels of noise sources (series of standards in 6 parts)
ISO 11453	Statistical interpretation of data - Tests and confidence intervals relating to proportions (1996)
ISO 11843-1	Capability of detection - Part 1: Terms and definitions (1997)
ISO 11843-2	Capability of detection - Part 2: Methodology in the linear calibration case (2000)
ISO 13752	Air quality - Assessment of uncertainty of a measurement method under field conditions using a second method as reference (1998)
ISO 14111	Natural gas - Guidelines for traceability in analysis –
ISO 15195	Clinical Laboratory medicine – Requirements for reference measurement Laboratories
ISO 16269-7	Statistical interpretation of data - Part 7: Median - Estimation and confidence interval (2001)
ISO 3095	Acoustics – Measurement of noise emitted by railbound vehicles.
ISO 3534-1	Statistics - Vocabulary and symbols - Part 1: Probability and general statistical terms (1993)
ISO 3534-2	Statistics - Vocabulary and symbols - Part 2: Statistical quality control (1993)
ISO 3534-3	Statistics - Vocabulary and symbols - Part 3: Design of experiments (1999)
ISO 362	Acoustics – Measurement of noise emitted by accelerating road vehicles –Engineering Method
ISO 3740-3747	Acoustics – Determination of sound power levels of noise sources using sound pressure (series of standards in 8 parts).
ISO 5479	Statistical interpretation of data - Tests for departure from the normal distribution (1997)
ISO 5725-1	Accuracy (trueness and precision) of measurement method and results - Part 1: General principles and definitions (1994)
ISO 5725-2	Accuracy (trueness and precision) of measurement method and results - Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method (1994)
ISO 5725-3	Accuracy (trueness and precision) of measurement method and results - Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method (1994)

ISO 5725-4	Accuracy (trueness and precision) of measurement method and results - Part 4: Basic method for the determination of the trueness of a standard measurement method (1994)
ISO 5725-5	Accuracy (trueness and precision) of measurement method and results - Part 5: Alternative methods for the determination of the precision of a standard measurement method (1998)
ISO 5725-6	Accuracy (trueness and precision) of measurement method and results - Part 6: Use in practice of accuracy values (1994)
ISO 6142	Gas analysis - Preparation of calibration gas mixtures - Gravimetric method
ISO 6143	Gas analysis - Comparison method for determining and checking the composition of calibration gas mixtures
ISO 6144, ISO 6145-1, ISO/TR 14167, ISO/DIS 14912, etc.	Gas analysis - Volumetric methods and quality aspects (<i>several documents</i>)
ISO 6879	Air quality - Performance characteristics and related concepts for air quality measuring methods (1995)
ISO 6974-1	Natural gas - Determination of composition with defined uncertainty by gas chromatography - Part 1: Guidelines for tailored analysis
ISO 7574-1 to ISO 7574-4	Acoustics – Statistical methods for determining and verifying noise emission values of machinery and equipment (series of standards in 4 parts).....
ISO 8466-1	Water quality - Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics - Part 1: Statistical evaluation of the linear calibration function (1990)
ISO 8466-2	Water quality - Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics - Part 2: Calibration strategy for non-linear second order calibration functions(1993)
ISO 9169	Air quality - Determination of performance characteristics of a measurement method (1996)
ISO 9614-1 to ISO 9614-3	Acoustics – Determination of sound power levels of noise sources using sound intensity (series of standards in 3 parts)..
VIM	International vocabulary of basic and general terms in metrology (1993)
ISO CD 7507-1	Petroleum and liquid petroleum products - Calibration of vertical cylindrical tanks - Part 1: Strapping Method
ISO DIS 11222	Air quality – Determination of the uncertainty of the time average of air quality measurements
ISO DIS 14956	Air quality — Evaluation of the suitability of a measurement procedure by comparison with a required measurement uncertainty
ISO TR 10017	Guidance on statistical techniques for ISO 9001:1994 (1999)
ISO TR 13425	Guide for the selection of statistical methods in standardization and specification (1995)
ISO TR 13530	Water quality - Guide to analytical quality control for water analysis (1997)
ISO TR 13843	Water quality - Guidance on validation of microbiological methods (2000)

ISO TR 20461	Bestimmung der Messunsicherheit von Volumenmessungen nach dem geometrischen Verfahren
ISO/TR 5168	Measurement of fluid flow - Evaluation of uncertainties
ISO/TR 7066-1	Assessment of uncertainty in calibration and use of flow measurement devices - Part 1: Linear calibration relationships
M3003 (UKAS)	The expression of uncertainty and confidence in measurement
NEN 3114	Accuracy of measurements - Terms and definitions (1990)
NEN 6303	Vegetable and animal oils and fats - Determination of repeatability and reproducibility of methods of analysis by interlaboratory tests (1988, in Dutch)
NEN 7777 Draft	Environment - Performance characteristics of measurement methods (2001 in Dutch)
NEN 7778 Draft	Environment - Equivalency of measurement methods(2001 in Dutch)
FD V 03-116	Analyse des produits agricoles et alimentaires. Guide d'application des données métrologiques (AFNOR)
NIST Technical Note 1297	Guidelines for evaluating and expressing uncertainty of NIST measurement results
NKO-PR2.8 (EA-4/02 in Dutch)	Uitdrukken van de meetonzekerheid (vertaling van EAL-R2) (translation in Dutch of EAL-R2)
NPR 2813 (NEN, Netherlands)	Uncertainty of length measurement – Terms, definitions and guidelines
NPR 7779 Draft	Environment - Evaluation of the uncertainty of measurement results (2002 in Dutch)
prEN ISO 15011-1, prEN ISO 15011-2, prEN ISO 15011-3, EN ISO 10882-1, EN ISO 10882-2	Health and safety in welding and allied processes (CEN/TC 121/SC 9)
prEN ISO 8655-1	prEN ISO 8655-1 Piston operated volumetric apparatus – terms prEN ISO 8655-1 Piston operated volumetric apparatus – gravimetric test methods.
prISO 11904-1	Acoustics – Determination of sound immissions from sound sources placed close to the ears – Part 1: Technique using microphones in real ears (MIRE-technique)...
SINAL DT-0002	Guida per la valutazione e la espressione dell'incertezza nelle misurazioni –
SINAL DT-0002/1	Guida per la valutazione e la espressione dell'incertezza nelle misurazioni, esempi applicativi di valutazioni dell'incertezza nelle misurazioni elettriche –
SINAL DT-0002/3	Guida per la valutazione e la espressione dell'incertezza nelle misurazioni, avvertenze per la valutazione dell'incertezza nel campo dell'analisi chimica –

SINAL DT-0002/4	Guida per la valutazione e la espressione dell'incertezza nelle misurazioni, esempi applicativi di valutazione dell'incertezza nelle misurazioni chimiche
SINAL DT-0002/5	Guida per la valutazione e la espressione dell'incertezza nelle misurazioni, esempio applicativo per misurazioni su materiali strutturali
SIT Doc-519	Introduzione ai criteri di valutazione dell'incertezza di misura nelle tarature.
SIT/Tec-003/01	Linea guida per la taratura di bilance –
TELARC Technical Guide Number 5	Precision and Limits of Detection for Analytical Methods
UKAS Publ. ref: LAB12	The Expression of Uncertainty in Testing
VDI 24449-Part 3	Measurement methods test criteria – General method for the determination of the uncertainty of calibratable measurement methods
VDI/VDE 2620 Entwurf	Unsichere Messungen und ihre Wirkung auf das Messergebnis (Dez. 1998)
VDI/VDE 2622, B1 2 Entw	Kalibrieren von Messmitteln für elektrische Größen - Methoden zur Ermittlung der Messunsicherheit (Okt. 1999)

© SNAS 2017