



OA10

**SMERNICE EA ZA IZRAŽANJE MERILNE NEGOTOVOSTI PRI KVANTITATIVNEM
PRESKUŠANJU – PREVOD EA – 4/16**

Kazalo

PREDGOVOR K SLOVENSKEMU PREVODU	2
NAMEN.....	3
1 UVOD	4
2 OBSEG UPORABE	5
3 IZJAVA O POLITIKI	5
4 KRATEK POVZETEK VODILA GUM	6
5 NAPOTKI ZA MERJENJE IN KVANTITATIVNO PRESKUŠANJE	7
6 UPORABA VALIDACIJSKIH PODATKOV IN PODATKOV O ZMOGLJIVOSTI METOD PRI OVREDNOTENJU MERILNE NEGOTOVOSTI.....	10
7 POROČANJE O REZULTATIH KVANTITATIVNEGA PRESKUŠANJA	16
8 POSTOPNO UVAJANJE KONCEPTA MERILNE NEGOTOVOSTI	18
9 PREDNOSTI OVREDNOTENJA MERILNE NEGOTOVOSTI ZA PRESKUŠEVALNE LABORATORIJE	19
10 LITERATURA	19
11 BIBLIOGRAFIJA	20
12 DODATEK	20



PREDGOVOR K SLOVENSKEMU PREVODU

Dokument OA10 je nastal kot prevod vodila Evropskega združenja za akreditacijo (EA) z oznako EA - 4/16 in v celoti sledi dikciji in terminologiji, uporabljeni v izvirniku.

NAMEN

Namen tega dokumenta je harmonizacija ovrednotenja merilne negotovosti, povezane z rezultati meritev in preskusov v okviru EA. V ta namen so podana priporočila in nasveti za ocenjevanje teh merilnih negotovosti.

Avtorstvo

Dokument je pripravila Ekspertna skupina EA za merilno negotovost v imenu Odbora EA za laboratorije.

Uradni jezik

Besedilo smernic se lahko po potrebi prevede v druge jezike, odločilna pa ostaja angleška verzija.

Avtorske pravice

Lastnik avtorskih pravic za to besedilo je EA. Besedila ni dovoljeno kopirati za nadaljnjo prodajo.

Nadaljnje informacije

Za nadaljnje informacije o publikaciji se obrnite na nacionalnega člana EA. Posodobljene informacije so na voljo na naši spletni strani <http://www.european-accreditation.org>.

Datum zaznamka: november 2003

Datum izvedbe: november 2004

Prehodno obdobje : /

1 UVOD

Za glavni dokument o merilni negotovosti šteje EA Vodilo za izražanje merilne negotovosti (Guide to the Expression of Uncertainty of Measurement – GUM) [1]. Zato se pri posebnih napotkih ali priporočilih za ovrednotenje merilne negotovosti na katerem koli področju uporabe, povezanim z dejavnostjo EA, ponavadi zahteva skladnost z vodilom GUM.

Na splošno se vodilo GUM uporablja tudi pri preskušanju, čeprav so med postopki merjenja in postopki preskušanja bistvene razlike. Zaradi same narave nekaterih postopkov preskušanja se je včasih težko strogo ravnati po vodilu GUM. V 6. poglavju so napotki, kako v takih primerih postopamo.

Od akreditiranih preskuševalnih laboratorijev se zahteva, da pri poročanju o merilnih negotovostih, povezanih s kvantitativnimi rezultati, postopajo v skladu z vodilom GUM, če je le mogoče. Osnovna zahteva vodila GUM je uporaba modela za oceno merilne negotovosti. Model naj vključuje vse veličine, ki bi lahko pomembno prispevale k merilni negotovosti, povezani z rezultatom preskusa. Obstajajo pa tudi okoliščine, v katerih ni potrebe po razvijanju natančnega modela. V takem primeru se sprejmejo drugačna navodila in se uporabijo druge metode, ki npr. temeljijo na validaciji in podatkih o zmogljivosti metod.

Da bi odjemalcem zagotovili popolno koristnost svojih storitev, so akreditirani preskuševalni laboratoriji razvili ustrezna načela sodelovanja z odjemalci. Odjemalci lahko upravičeno pričakujejo, da so poročila o preskusih pravilna glede navedenih podatkov, uporabna in celovita. Odvisno od okoliščin zanimajo odjemalca tudi podatki o kakovosti, zlasti:

- zanesljivost rezultatov ter kvantitativna navedba te zanesljivosti, npr. v obliki merilne negotovosti,
- stopnja zaupanja izjave o skladnosti nekega proizvoda, ki se lahko izvede iz rezultata preskušanja in z njim povezane razširjene merilne negotovosti.

Druge značilnosti, kot so ponovljivost, obnovljivost, pravilnost, robustnost in selektivnost, so prav tako pomembne za opredelitev kakovosti preskusne metode.

Ta dokument ne obravnava uporabe merilne negotovosti pri ugotavljanju skladnosti. Kakovost rezultata preskusa v splošnem ne odraža najboljše dosegljive ali najmanjše merilne negotovosti. V 2. poglavju tega vodila je določen obseg njegove uporabe, 3. poglavje pa vsebuje skupno izjavo o politiki EUROLAB, EURACHEM in EA. V 4., 5. in 6. poglavju so napotki. V 4. poglavju je kratek povzetek vodila GUM. 5. poglavje povzema obstoječe zahteve v skladu s standardom ISO/IEC 17025 [7] ter strategijo za uvedbo ovrednotenja merilne negotovosti. V njem so obravnavane tudi nekatere težave, povezane z ovrednotenjem merilne negotovosti pri preskušanju. V 6. poglavju je razložena uporaba podatkov validacije in podatkov o zmogljivosti metod za ovrednotenje merilne negotovosti pri preskušanju. Zahteve EA glede poročanja rezultatov merjenja so podane v 7. poglavju. Navodila za postopno uvajanje merilne negotovosti pri preskušanju so podana v 8. poglavju. Prednosti ovrednotenja merilne negotovosti, ki je povezana z vrednostmi, dobljenimi pri kvantitativnem preskušanju, so navedene v 9. poglavju.

2 OBSEG UPORABE

Namen tega dokumenta je podati napotke za ovrednotenje¹ merilne negotovosti pri kvantitativnem preskušanju. Kvantitativno preskušanje je vsak preskus, ki vključuje določanje numerične vrednosti neke merjene veličine ali karakteristike. Za ovrednotenje negotovosti pri kalibraciji glej dokument EA-4/02 [11].

3 IZJAVA O POLITIKI

Izvleček iz vodila ILAC-G17:2002 "Uvajanje pojma merilne negotovosti pri preskušanju v povezavi z uporabo standarda ISO/IEC 17025" [15] :

1. *Navedba merilne negotovosti mora vsebovati dovolj informacij za primerjavo;*
2. *Vodilo GUM in standard ISO/IEC 17025 sta osnovna dokumenta; potrebne pa so lahko tudi specifične razlage za posamezna področja.*
3. *Zaenkrat obravnavamo samo merilno negotovost v kvantitativnem preskušanju. Znanstveniki pa bodo morali razviti tudi strategijo za obravnavanje rezultatov kvalitativnih preskusov.*
4. *Osnovna zahteva naj bo bodisi ocena celokupne negotovosti bodisi identifikacija glavnih komponent, ki ji sledi poskus ocenitve njihove velikosti ter velikosti kombinirane negotovosti.*
5. *Kot podlaga za oceno merilne negotovosti se uporabijo obstoječi eksperimentalni podatki (kontrolne karte, validacije, krožni preskusi, PT, CRM, priročniki itd.).*
6. *Pri uporabi standardne preskusne metode imamo tri možnosti:*
 - *če preskuševalni laboratorij uporablja standardizirano preskusno metodo, ki vsebuje napotke za ovrednotenje negotovosti, se od njega pričakuje le, da sledi postopku ovrednotenja negotovosti, kot je podan v standardu²;*
 - *če podaja standard tipično merilno negotovost za rezultate preskusa, lahko laboratorij to vrednost navede, če lahko dokaže popolno skladnost s preskusno metodo;*
 - *če standard v rezultatih preskusa implicitno vključuje merilno negotovost, niso potrebne nikakršne nadaljnje aktivnosti².*

Od preskuševalnih laboratorijev se pričakuje le, da upoštevajo in uporabljajo informacije o negotovosti, ki so podane v standardu, t.j. da navedejo ustrezno številko ali da izvedejo ustrezni postopek za oceno negotovosti. Organizacije za standardizacijo morajo v zvezi z oceno in navajanjem negotovosti rezultatov preskusov, pregledati in ustrezno revidirati standarde, ki določajo preskusne metode.

7. *Na različnih tehničnih področjih se lahko zahteva različen nivo ocen merilne negotovosti. Dejavniki, ki jih moramo upoštevati, so:*

- *zdrav razum;*
 - *vpliv merilne negotovosti na rezultat (ustreznost določanja);*
 - *ustreznost;*
 - *opredelitev stopnje zahtevnosti pri določanju merilne negotovosti.*
8. *V nekaterih primerih lahko zadošča, če v poročilih podajamo le ponovljivost.*

¹ Namesto izraza *ocenjevanje* smo raje uporabili izraz *ovrednotenje*. Slednji je bolj splošen in ga je mogoče uporabiti za različne pristope k merilni negotovosti. Ta izbira je tudi v skladu z besednjakom, uporabljenim v vodilu GUM.

² Laboratoriji morajo dokazati popolno skladnost s preskusnimi metodami.

9. Če je ocena merilne negotovosti omejena, moramo to pri podajanju negotovosti jasno navesti.
10. Novih vodil ne razvijamo, če že obstajajo uporabna vodila.

4 KRATEK POVZETEK VODILA GUM

Vodilo GUM temelji na priznani teoriji in omogoča dosledno in prenosljivo ovrednotenje merilne negotovosti ter podpira meroslovno sledljivost. V nadaljevanju podajamo kratko razlago osnovnih idej in načel.

Struktura vodila GUM je trinivojska: osnovna načela, priporočila in postopki ovrednotenja. Doslednost zahteva, da sprejmemo osnovna načela in sledimo priporočilom. Osnovni postopek ovrednotenja, ki je predstavljen v vodilu GUM, je zakon o širjenju negotovosti, ki velja za linearne in linearizirane modele (glej nadaljevanje). Uporabi naj se povsod, kjer je ustrezno, saj je enostaven in lahko izvedljiv. V nekaterih primerih pa je potrebno uporabiti bolj napredne metode, npr. uporaba modelov višjega reda ali širjenje porazdelitve verjetnosti.

Osnovna načela ovrednotenja negotovosti so:

- poznavanje veličin, ki vplivajo na merjeno veličino, je načeloma nepopolno in ga lahko na osnovi tega znanja izrazimo s funkcijo gostote verjetnosti (PDF - Probability Density Function) za vrednosti pripisane tej veličini
- pričakovana vrednost funkcije PDF se privzame kot najboljša ocena vrednosti veličine
- standardni odmik funkcije PDF se privzame kot standardna negotovost, povezana s to oceno
- funkcija PDF temelji na poznavanju neke veličine, ki lahko izhaja iz:
 - ponovljenih meritev – ovrednotenje tipa A
 - znanstvene presoje na podlagi vseh razpoložljivih informacij o možni variabilnosti veličine – ovrednotenje tipa B.

Po razlagi tega vodila temelji vodilo GUM na:

- modelu, ki je formuliran tako, da upošteva medsebojno povezavo med vhodnimi veličinami, ki vplivajo na merjeno veličino
- v model vključene korekcije, ki upoštevajo sistematične vplive; take korekcije so bistvene za doseganje sledljivosti na navedene reference (npr. CRM, referenčne merilne postopke, enote SI).
- poročanje o rezultatu meritve, kjer se specificira vrednost in na kvantitativen način prikaže kakovost tega rezultata
- določitvi intervala (kadar je to potrebno) za rezultat meritve, za katerega lahko pričakujemo, da bo vseboval velik delež vrednosti, ki jih lahko upravičeno pripišemo merjeni veličini. Ta interval, ki je pogosto izražen kot razširjena negotovost, je zelo primeren kvantitativni prikaz kakovosti rezultata. Razširjena negotovost se pogosto izraža kot mnogokratnik standardne negotovosti. Faktor, s katerim množimo, se imenuje faktor pokritja k (glej 7. poglavje).

Postopek ovrednotenja je sestavljen iz štirih delov:

- Izpeljava modela merjenja. Ker je na splošno to najtežji del ovrednotenja, se priporoča uporaba razmerja vzrok-posledica, ki vhodne veličine povezuje z merjeno veličino.
- Določitev funkcij gostote verjetnosti (PDF) za vhodne veličine modela

ob danih podatkih za te veličine. V praksi je velikokrat potrebno specificirati samo pričakovano vrednost in standardni odmik posamezne funkcije PDF, t.j. podati najboljšo oceno za posamezno veličino in standardno negotovost, povezano s to oceno.

- Širjenje merilne negotovosti. Osnovni postopek (zakon o širjenju merilne negotovosti) se lahko uporabi na linearnih ali lineariziranih modelih, vendar zanj veljajo določene omejitve. Delovna skupina Skupnega odbora za vodila na področju meroslovja (Joint Committee for Guides in Metrology – JCGM) pripravlja vodilo za bolj splošno metodo (širjenje PDF), ki kot poseben primer vključuje zakon o širjenju negotovosti.
- Navajanje celotnega rezultata meritve s podajanjem najboljše ocene vrednosti merjenja, kombinirane standardne merilne negotovosti, povezane s to oceno, in razširjene merilne negotovosti (7. poglavje).

V vodilu GUM [1] so v 7. poglavju pod naslovom "Poročanje o negotovosti" napotki za navajanje celotnega rezultata meritve. V 7. poglavju tega dokumenta pa sledimo priporočilom vodila GUM in dajemo nekaj podrobnejših napotkov. Velja omeniti, da GUM dovoljuje uporabo kombinirane standardne merilne negotovosti $u_c(y)$ ali razširjene merilne negotovosti $U(y)$, t.j. polovična širina intervala z navedeno stopnjo zaupanja kot merilom negotovosti. Če se uporablja razširjena merilna negotovost, pa je treba navesti faktor pokritja k , ki je enak vrednosti $U(y)/u_c(y)$.

Za ovrednotenje merilne negotovosti, povezane z merjencem Y , moramo poznati samo

- model $Y = f(X_1, \dots, X_N)$,
- najboljše ocene x_i vseh vhodnih veličin X_i in
- negotovosti $u(x_i)$ in korelacijske koeficiente $r(x_i, x_j)$, povezane z x_i ter z x_i in x_j .

Najboljša ocena x_i je pričakovana vrednost PDF za X_i , $u(x_i)$ je standardni odmik te PDF in $r(x_i, x_j)$ je razmerje med kovarianco x_i in x_j in zmnožkom standardnih odmkov.

Za navedbo kombinirane standardne merilne negotovosti $u_c(y)$, povezane z rezultatom meritve y , ni potrebno nobeno nadaljnje poznavanje PDF. Za navedbo polovične širine intervala z dano stopnjo zaupanja, t.j. razširjeno merilno negotovostjo, je treba poznati PDF. To zahteva več znanja, saj oba parametra, t.j. pričakovana vrednost in standardni odmik, funkcije PDF ne določata popolnoma, razen če se ve, da je Gaussova.

V 7. poglavju so napotki za pridobivanje razširjene negotovosti v primerih, ko se za merjeno veličino Y ne domneva Gaussova PDF.

5 NAPOTKI ZA MERJENJE IN KVANTITATIVNO PRESKUŠANJE

5.1 Zahteve

V standardu ISO/IEC 17025 načeloma ni novih zahtev v zvezi z merilno negotovostjo, vendar pa je ta predmet obravnavan podrobneje kot v prejšnji verziji standarda:

“5.4.6 Ocena merilne negotovosti

5.4.6.1 *Kalibracijski laboratorij ali preskuševalni laboratorij, ki izvaja lastne kalibracije, mora imeti in uporabljati postopek za ocenjevanje merilne negotovosti za vse kalibracije in vrste kalibracij.*

5.4.6.2 Preskuševalni laboratoriji morajo imeti in uporabljati postopke za ocenjevanje merilne negotovosti. V določenih primerih lahko narava preskusne metode onemogoča zelo natančne, meroslovno in statistično veljavne izračune merilne negotovosti. V takih primerih mora laboratorij vsaj poskušati prepoznati vse sestavine merilne negotovosti in jih primerno oceniti ter zagotoviti, da oblika poročanja rezultatov ne bi dala napačnega vtisa o merilni negotovosti. Primerna ocenitev mora temeljiti na znanju o izvajanju metode in obsegu meritev ter mora upoštevati na primer predhodne izkušnje in podatke o validaciji.

OPOMBA 1 Stopnja potrebne natančnosti pri oceni merilne negotovosti je odvisna od dejavnikov, kot so:

- zahteve preskusne metode;
- zahteve odjemalca;
- kako ozke so meje, na katerih temeljijo odločitve o skladnosti s specifikacijo.

OPOMBA 2 V primerih, ko meje vrednosti glavnih virov merilne negotovosti in obliko izračunanih rezultatov določa priznana preskusna metoda, velja, da laboratorij izpolnjuje zahteve tega odstavka, če sledi preskusni metodi in navodilom za poročanje (glej 5.10).

5.4.6.3 Pri ocenjevanju merilne negotovosti mora laboratorij upoštevati vse pomembne sestavine merilne negotovosti v danih razmerah, pri čemer uporabi ustrezne metode za njihovo analizo.

OPOMBA 1 Viri, ki prispevajo k merilni negotovosti, so med drugim: uporabljeni referenčni etaloni in referenčni materiali, uporabljene metode in oprema, pogoji okolja, lastnosti in stanje primerka, ki se preskuša ali kalibrira, ter izvajalec.

OPOMBA 2 Predvideno dolgoročno obnašanje preskušane in/ali kalibriranega primerka se ponavadi ne upošteva pri oceni merilne negotovosti.

OPOMBA 3 Za nadaljnje informacije glej ISO 5725 in Vodilo za izražanje merilne negotovosti (glej bibliografijo).

5.2 Specifične težave pri ovrednotenju in preskušanju merilne negotovosti

Izraza “rezultat preskusa” in “merilni rezultat” ustrezata dvema dobro definiranim pojmom. V meroslovju se uporablja beseda “merjenec” oziroma “merjena veličina”, kot je definirana v slovarju VIM [2, točka 2.6], pri preskušanju pa se raje uporablja beseda “karakteristika”, kot je definirana v standardu ISO 3534-2 [6].

Merjena veličina (VIM 2.6)

Določena veličina, ki se jo meri.

(Merljiva) veličina (VIM 1.1)

Lastnost pojava, telesa ali snovi, ki se lahko razlikuje kakovostno in ugotavlja količinsko.

Značilnost (Karakteristika) (ISO 3534)

Lastnost, ki pomaga razlikovati med primerki dane populacije.

Razlika med terminologijo, ki se uporablja pri "merjenju" in tisto, ki se uporablja pri "preskušanju", je še bolj očitna, če primerjamo definiciji obeh operacij:

Meritev, merjenje (VIM 2.1)

Niz operacij, da se ugotovi vrednost veličine.

Preskus (ISO/IEC Vodilo 2 [3])

Tehnična operacija, s katero se po specifikiranem postopku določi ena ali več značilnosti (karakteristik) danega proizvoda, procesa ali storitve

Merjena veličina, kot je definiran v slovarju VIM, je torej določen primer značilnosti (karakteristike), kot je definirana v ISO 3535, v tem smislu, da je dobro definirana značilnost lahko merjena veličina. Tako je po definiciji iz slovarja VIM kvantitativna značilnost "veličina", in vrednost te veličine se med preskusom ugotovi z merjenjem. Zato lahko pričakujemo, da bodo lastnosti rezultatov meritve in rezultatov kvantitativnega preskusa identične. Nadalje je v obeh primerih bistvena ustrezna definicija merjene veličine oziroma značilnosti, pri čemer "ustrezna" pomeni dovolj podrobna in povezana s procesom merjenja oziroma preskušanja, včasih pa tudi z nadaljnjo uporabo rezultata.

V praksi merjenja pa prihaja do pomembnih razlik (ki jih npr. vidimo pri kalibraciji in preskušanju) in te vplivajo na prakso ovrednotenja merilne negotovosti:

Merilni proces tipično dá rezultat, ki je načeloma neodvisen od merilne metode, razen glede različnih merilnih negotovosti, povezanih z različnimi metodami. Tako na primer lahko pričakujemo, da bodo vrednosti temperature, ki jih pokažeta živosrebrni termometer in platinasti uporovni termometer, podobne (do mere, določene s pripadajočimi merilnimi negotovostmi), toda negotovost, povezana s prvo vrednostjo, bo dosti večja od tiste, ki je povezana s slednjo.

Rezultat preskusa je tipično odvisen od metode in od specifičnega postopka, uporabljenega za določanje karakteristike, včasih zelo močno. Na splošno lahko različne preskusne metode dajo različne rezultate, saj značilnost (karakteristika) ni nujno dobro definirana merjena veličina.

V *merilnih postopkih* pogoje okolja in izvedbe ohranjamo na standardiziranih vrednostih ali pa merimo, da lahko z uporabo korekcijskih faktorjev in izrazimo rezultat glede na standardizirane pogoje. Tako na primer pri dimenzijskih meritvah merimo temperaturo obdelovanca, da lahko rezultat korigiramo glede na vplive toplotnega raztezanja, pri merjenju pretoka plina pa bodisi vzdržujemo tlak in temperaturo na specifikiranih vrednostih bodisi ju merimo kot podlago za korekcijo.

Preskusne metode pogosto določamo dogovorno. V takih dogovorih se odražajo različne zahteve ali nameni:

- preskus mora biti reprezentativen glede na resnične pogoje uporabe proizvoda,

- preskusni pogoji so pogosto kompromis med skrajnimi pogoji uporabe,
- preskusne pogoje mora biti mogoče enostavno obnoviti v laboratoriju,
- posamezni preskusni pogoji naj bi obvladovali variabilnost rezultata preskusa.

Za doseganje zadnjega namena določimo nazivno vrednost in toleranco ustreznih pogojev. Pogosto je specificirana preskusna temperatura, npr. $38,0\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$. Vendar pa vseh pogojev ni mogoče obvladovati. Zaradi pomanjkljivega poznavanja prihaja do variabilnosti rezultatov. Zaželeno je, da preskusna metoda tako variabilnost obvladuje.

Pri preskusih za izražanje rezultata uporabljamo kazalnik (npr. fizikalno veličino). Tako na primer pri preskusu gorljivosti pogosto kot kazalnik uporabimo čas vžiga. Merilna negotovost, povezana z merjenjem časa vžiga, povečuje variabilnost rezultatov preskusa. Vendar pa je ta prispevek k variabilnosti na splošno zasenčen s prispevki, lastnimi preskusni metodi, in neobvladovanimi pogoji, je pa potrebno ta vidik še potrditi.

Da bi lahko ovrednotili negotovost, povezano z rezultatom preskusa, bi morali preskuševalni laboratoriji natančno preveriti vse elemente preskusne metode in pogoje, ki med njeno uporabo prevladujejo.

Načeloma je mogoče postaviti matematični model, ki opisuje preskusni postopek, kot je predlagano v vodilu GUM. Vendar pa razvoj modela iz ekonomskih ali drugih razlogov mogoče ne bo izvedljiv. V takih primerih lahko uporabimo alternativne pristope. Glavne izvore variabilnosti lahko na primer pogosto ocenimo z medlaboratorijskimi študijami, navedenimi v standardu ISO 5725 [8], s čimer zagotavljamo oceno ponovljivosti, obnovljivosti in (včasih) pravilnosti metode.

Kljub zgornjim razlikam v terminologiji pa se v tem dokumentu šteje, da je rezultat kvantitativnega preskusa merilni rezultat v smislu, uporabljenem v vodilu GUM. Pomembna razlika je v tem, da je manjša verjetnost, da bo pri preskušanju na voljo celovit matematični model, ki opisuje vse vplive na merjeno veličino. Zato bo za ovrednotenje merilne negotovosti pri preskušanju mogoče treba uporabiti validacijo in študije zmogljivosti metod, kot je opisano v 6. poglavju.

6 UPORABA VALIDACIJSKIH PODATKOV IN PODATKOV O ZMOGLJIVOSTI METOD PRI OVREDNOTENJU MERILNE NEGOTOVOSTI

6.1 Viri podatkov o zmogljivosti metod in validaciji

Opazovane karakteristike zmogljivosti preskusnih metod so pogosto bistvene za ovrednotenje merilne negotovosti rezultatov (poglavje 4). To velja predvsem tam, kjer so rezultati odvisni od pomembnih in nepredvidljivih vplivov, ki jih najboljše obravnavamo kot naključne vplive, ali kjer razvoj celovitega matematičnega modela ni izvedljiv. Podatki o zmogljivosti metode zelo pogosto vključujejo tudi vplive različnih virov merilne negotovosti hkrati in z njihovo pomočjo lahko precej poenostavimo proces ovrednotenja merilne negotovosti. Podatke o zmogljivosti preskusne metode dobimo ponavadi iz:

- podatkov, zbranih med validacijo in verifikacijo preskusne metode pred uporabo v preskuševalnem okolju,
- medlaboratorijskih študij v skladu z ISO 5725,
- zbranih podatkov o kontroli kakovosti (t. j. preskušanja kontrolnega vzorca),
- shem preverjanja usposobljenosti, kot je opisano v EA-3/04 [10].

V tem poglavju so podani splošni napotki za uporabo podatkov iz posameznih, zgoraj navedenih izvorov.

6.2 Podatki, zbrani med validacijo in verifikacijo preskusne metode pred njeno uporabo pri preskušanju

6.2.1 Ustreznost rutinskih preskusnih metod za določen namen uporabe, se v praksi pogosto preverja z validacijo metode in verifikacijskimi študijami. Tako zbrani podatki lahko služijo kot informacija pri ovrednotenju merilne negotovosti preskusnih metod. Z validacijskimi študijami kvantitativnih preskusnih metod ponavadi določamo nekatere ali vse naslednje parametre:

Natančnost. S študijami znotraj laboratorija dobimo podatke za natančnost pri pogojih ponovljivosti in vmesnih pogojih, idealno v daljšem časovnem obdobju in z različnimi izvajalci ter tipi preskušanca. Opažena natančnost preskusnega postopka je bistvena sestavina skupne merilne negotovosti, ne glede na to, ali je ugotovljena s kombiniranjem posameznih varianc ali s študijo celotne metode med delovanjem.

Odstopanje od prave vrednosti. Odstopanje preskusne metode od prave vrednosti ponavadi določimo s študijo ustreznih referenčnih materialov ali preskusnih vzorcev z namenom, da bi prepoznali in odpravili večja odstopanja. V splošnem predstavlja merilna negotovost, povezana z določitvijo odstopanja od prave vrednosti, pomembno sestavino skupne merilne negotovosti.

Linearnost. Linearnost je pomembna lastnost metod, uporabljenih za merjenje na določenem območju vrednosti. Korekcijo pomembnejše nelinearnosti pogosto dosežemo z uporabo nelinearnih umeritvenih funkcij. Druga možnost, da se izognemo vplivu nelinearnosti, pa je izbira omejenega območja uporabe. Morebitni preostali odmiki od linearnosti pa se ponavadi zadostno upoštevajo z uporabo skupnih podatkov o natančnosti. Če so ti odmiki zanemarljivi v primerjavi z merilnimi negotovostmi, povezanimi s kalibracijo, dodatno ovrednotenje merilne negotovosti ni potrebno.

Sposobnost detekcije. Ugotovimo lahko spodnjo mejo uporabe preskusne metode. Dobljena vrednost ni neposredno pomembna za ovrednotenje merilne negotovosti. V primerjavi z vrednostjo rezultata pa utegne biti merilna negotovost na območju ali v bližini te spodnje meje znatna, kar lahko povzroči težave pri ocenjevanju in poročanju merilne negotovosti. Zato za obravnavo in poročanju o rezultatih v tem območju priporočamo uporabo ustrezne dokumentacije [13].

Selektivnost in specifičnost. Ta dva izraza se nanašata na sposobnost preskusne metode, da se v prisotnosti motilnih vplivov odziva na ustrezno merjeno veličino, in sta še zlasti pomembna v kemijskem preskušanju. Sicer pa sta oba pojma kvalitativna in neposredno ne dajeta informacij o

merilni negotovosti, čeprav se motilne vplive načeloma lahko uporabi v ovrednotenju merilne negotovosti. [12].

Robustnost. Številni postopki (plani) za razvoj metode ali validacijo zahtevajo neposredno raziskavo občutljivosti metode na spremembe nekaterih parametrov. Zato lahko s podatki o robustnosti dobimo informacije o vplivu pomembnih parametrov in so še posebno pomembni pri ugotavljanju, ali je lahko dani vpliv na merilno negotovost bistven [13].

6.2.2 Eksperimentalne študije o zmogljivosti metod morajo biti skrbno izvedene. Zlasti:

- bistvena je *reprezentativnost*: kolikor je le mogoče, izvajamo študije, ki predstavljajo realističen pregled števila in obsega vplivov, ki delujejo med normalno uporabo metode in zajemajo območje vrednosti in vrste vzorcev v obsegu metode. V tem pogledu so še posebno pomembne ocene natančnosti, ki zajemajo različne vire variabilnosti.
- Tam, kjer obstaja sum na medsebojni vpliv dejavnikov, je treba tak medsebojni vpliv upoštevati. To lahko dosežemo bodisi z naključno izbiro medsebojno delujočih parametrov na različnih nivojih ali s skrbnim, sistematičnim načrtovanjem, da dobimo podatke o varianci in kovarianci.
- Pri izvajanju študij skupnega odstopanja od prave vrednosti je pomembno, da referenčni materiali in vrednosti ustrezajo materialom, ki jih preskušamo rutinsko.

Zato je pri zagotavljanju, da so vsi bistveni faktorji ustrezno upoštevani in pravilno ovrednoteni, neprecenljivega pomena skrbno eksperimentalno načrtovanje.

6.2.3 Splošna načela uporabe validacije in podatkov o zmogljivosti pri ovrednotenju merilne negotovosti so podobna tistim, ki veljajo za uporabo podatkov o zmogljivosti (glej zgoraj). Vendar pa bodo podatki o zmogljivosti, ki so na voljo, verjetno zajemali manj prispevkov k merilni negotovosti. Ustrezno temu bodo potrebne nadaljnje dodatne ocene. Tipičen postopek je:

- Sestavimo seznam vseh pomembnih virov merilne negotovosti. Ponavadi je primerno vključiti vse tiste merjene veličine, ki jih med preskusom vzdržujemo konstantne, in ustrezno ovrednotiti natančnost, ki opišejo variabilnost posameznih meritev ali celotne preskusne metode. Zelo primeren način povzemanja virov merilne negotovosti je diagram vzrokov in posledic [13], ki kaže, kakšna je njihova medsebojna povezanost in kako vplivajo na merilno negotovost rezultata.
- Zberemo obstoječe podatke o zmogljivosti metode in kalibracijah.
- Preverimo, kateri izvori merilne negotovosti so v podatkih, ki so na voljo, ustrezno upoštevani. Na splošno ni treba ločeno pridobiti vplivov vseh prispevkov; če k celotni številki o zmogljivosti prispeva več vplivov, lahko štejemo, da so bili ti vplivi upoštevani. Zato so še posebno koristni podatki o natančnosti, ki zajemajo širok razpon virov variabilnosti, saj večkrat istočasno zajemajo veliko virov (ne smemo pa pozabiti, da podatki o natančnosti sami na splošno ne zadoščajo, če niso ocenjeni in dokazano zanemarljivi tudi ostali dejavniki).
- Za tiste izvore merilne negotovosti, ki niso ustrezno zajeti v obstoječih podatkih, bodisi iščemo dodatne informacije v literaturi ali obstoječih podatkih (certifikatih, specifikacijah opreme itd.) bodisi planiramo eksperimente, s katerimi pridobimo potrebne dodatne podatke.

6.3 Medlaboratorijske študije zmogljivosti preskusnih metod v skladu s standardom ISO 5725 ali enakovrednim dokumentom

6.3.1 Z medlaboratorijskimi študijami v skladu s standardom ISO 5725 dobimo podatke o standardnem odmiku ponovljivosti s_r in standardnem odmiku obnovljivosti s_R (obe sta definirani v standardu ISO 3534-1 [5]), lahko pa tudi oceno pravilnosti (merjeno kot odmik od znane prave vrednosti). Uporabo teh podatkov pri ovrednotenju merilne negotovosti v preskušanju podrobno obravnava tehnična specifikacija ISO TS 21748 [9]. Osnovna načela uporabe so:

- i) Ugotavljanje ustreznosti podatkov o zmogljivosti preskusne metode za merilne rezultate določenega merilnega procesa. Podrobnosti o potrebnih merilih so podane v poglavju 6.2 zgoraj.
- ii) Ugotavljanje ustreznosti podatkov o zmogljivosti preskusne metode za preskušanca z identifikacijo razlik v ravnanju z vzorcem, vzorčenju ali pričakovani stopnji odziva med preskušancem laboratorija in preskušanci v medlaboratorijski primerjalni študiji. Mogoče bo potrebna prilagoditev standardnega odmika obnovljivosti z upoštevanjem npr. sprememb natančnosti s stopnjo odziva.
- iii) Ugotavljanje in ovrednotenje dodatnih virov merilnih negotovosti, ki niso ustrezno zajeti v medlaboratorijski primerjalni študiji (glej 6.3.2).
- iv) Po načelih iz vodila GUM kombiniranje vseh pomembnih prispevkov k merilni negotovosti, vključno s standardnim odmikom obnovljivosti (po potrebi prilagojenim), z merilno negotovostjo, povezano s komponento odstopanja rezultata laboratorija od prave vrednosti, in z merilno negotovostjo iz dodatnih identificiranih virov iz točke iii).

Ta načela veljajo za preskusne metode, ki so bile vključene v medlaboratorijsko študijo. V takih primerih se za podrobnosti glede ustreznega postopka priporoča tehnična specifikacija ISO TS 21748. Napotki za uporabo podatkov iz medlaboratorijskih študij v kemijskem preskušanju so tudi v Vodilu EURACHEM/CITAC [12].

6.3.2 Dodatni viri (6.3.1 iii)), ki bi jih bilo treba posebej upoštevati, so:

- Vzorčenje. Medlaboratorijske primerjalne študije redko vključujejo vzorčenje. Če metoda, ki se uporablja v laboratoriju, vsebuje podvzorčenje, ali če je merjena veličina, ki jo določamo na majhnem vzorcu lastnost celote, moramo raziskati vplive vzorčenja na merilno negotovost in jih upoštevati.
- Predpriprava vzorca. V večini medlaboratorijskih študij se vzorce homogenizira in lahko tudi dodatno stabilizira pred razdelitvijo laboratorijem. Morda bo potrebno raziskati in dodati vplive posameznih postopkov predpriprave vzorcev, ki so v uporabi v laboratoriju .
- Odstopanje rezultata preskusne metode od prave vrednosti. Pred in med medlaboratorijsko študijo pogosto pregledamo odstopanje rezultata metode od prave vrednosti, po možnosti s primerjavo z referenčnimi metodami ali materiali. Če so samo odstopanje od prave vrednosti, standardne merilne negotovosti, povezane z uporabljenimi referenčnimi vrednostmi, in standardna merilna negotovost, povezana z ocenjenim odstopanjem od prave vrednosti, majhne v primerjavi s standardnim odmikom obnovljivosti, odstopanja rezultata merilne metode od prave vrednosti ni treba dodatno upoštevati. V nasprotnem primeru pa ga bo treba upoštevati.
- Spremembe v pogojih. Laboratoriji, ki sodelujejo v primerjalni študiji, radi svoje rezultate usmerjajo v sredo območij eksperimentalnih pogojev, kar ima za posledico podcenjevanje možnih območij

rezultatov v okviru definicije metode. Če pa raziskava pokaže, da so taki vplivi v celotnem dopustnem območju nepomembni, dodatno upoštevanje ni potrebno.

- Spremembe v tipu vzorcev. Laboratorij mora upoštevati merilno negotovost, ki lahko nastane zaradi vzorcev drugačnega tipa, kot so bili uporabljeni v primerjalni študiji.

6.4 Podatki o obvladovanju kakovosti rezultatov preskušanja ali merjenja

6.4.1 Številni preskusni ali merilni postopki so predmet kontrolnih pregledov, ki temeljijo na periodičnih meritvah stabilnega, sicer pa tipičnega preskušanca, da bi prepoznali pomembnejše odmike od normalnega delovanja. Tako dobljeni podatki v daljšem časovnem obdobju so zelo dragocen izvor podatkov za ovrednotenje merilne negotovosti. Standardni odmik tega niza podatkov predstavlja kombinirano oceno variabilnosti, ki izhaja iz številnih možnih virov. Iz tega sledi, da daje standardni odmik, uporabljen na enak način kot podatki o zmogljivosti metode (glej zgoraj), podlago za ovrednotenje merilne negotovosti, ki takoj vključuje večino variabilnosti, ki bi jo bilo drugače treba ovrednotiti za vsak vpliv posebej.

6.4.2 Podatki o obvladovanju kakovosti (QC) ponavadi ne vključujejo podvzorčenja, vpliva razlik med preskušanci, vplivov sprememb stopnje odziva ali nehomogenosti preskušancev. Zato je treba podatke o obvladovanju kakovosti pri podobnih materialih uporabljati z ustrezno mero previdnosti ter upoštevati dodatne, utemeljene vplive.

6.4.3 Tiste podatke o obvladovanju kakovosti, ki so povzročili zavrnitev rezultatov meritve in preskusa ter korektivne ukrepe, navadno izločimo iz niza podatkov pred izračunom standardnega odmika.

6.5 Podatki o preverjanju strokovne usposobljenosti

6.5.1 Preverjanja strokovne usposobljenosti (Proficiency Tests – PT) se uporabljajo za periodično preverjanje celotnega delovanja laboratorija in so za ta namen najprimernejša (EA-3/04 [10] in v njem navedene reference). Rezultate sodelovanja laboratorija v preverjanju strokovne usposobljenosti lahko ustrezno uporabimo za preverjanje ovrednotene merilne negotovosti, saj naj bi bila ta združljiva z raztrosom rezultatov, ki jih je laboratorij dosegel v številnih zaporednih preverjanjih strokovne usposobljenosti.

6.5.2 V splošnem se preskušanja strokovne usposobljenosti ne izvajajo dovolj pogosto, da bi lahko zanesljivo ocenili usposobljenost posameznega laboratorija za izvajanje določene preskusne metode. Poleg tega se spreminjajo tipi preskušancev, kakor tudi pričakovani rezultat. Zato težko zberemo reprezentativne podatke za dobro okarakterizirane preskušance. Poleg tega številne sheme uporabljajo za oceno usposobljenosti laboratorija privzete vrednosti, dobljene iz rezultatov sodelujočih laboratorijev vrednosti, kar lahko včasih privede do navidezno napačnih rezultatov za posamezen laboratorij. Njihova uporaba pri ovrednotenju merilne negotovosti je tako omejena, razen:

- če tipi preskušancev, ki so uporabljeni v shemi, ustrezajo rutinsko analiziranim tipom,
- če so pripisane vrednosti v vsakem krogu sledljive do ustreznih referenčnih vrednosti in
- če je merilna negotovost pripisane vrednosti majhna v primerjavi z dejanskim raztrosom rezultatov.

V takih primerih je raztros razlik med poročanimi in pripisanimi vrednostmi v zaporednih krogih preskušanj strokovne usposobljenosti podlaga za ovrednotenje merilne negotovosti za tisti del merilnega postopka, ki je vključen v obseg sheme.

6.5.3 Upoštevati moramo tudi sistematično odstopanje od sledljivih pripisanih vrednosti in druge vire merilne negotovosti (npr. tiste, ki so omenjeni v zvezi z uporabo podatkov iz medlaboratorijskih študij, pridobljenih v skladu s standardom ISO 5725).

6.5.4 V resnici je zgornji pristop relativno omejen. V svojih najnovejših napotkih [14] EUROLAB predlaga, da bi v določenih okoliščinah lahko imeli podatki iz preverjanj strokovne usposobljenosti širšo uporabnost za preliminarno oceno merilne negotovosti.

6.6 Pomen prispevkov k merilni negotovosti

6.6.1 Vsi, med ovrednotenjem merilne negotovosti identificirani izvori merilne negotovosti, ne prispevajo pomembnega deleža h kombinirani merilni negotovosti; v praksi bodo verjetno prispevali le maloštevilni. Vendar pa moramo prav te maloštevilne vire skrbno proučiti, da dobimo zanesljivo oceno njihovih prispevkov. Zato moramo narediti predhodno oceno prispevka vsake posamezne komponente oziroma kombinacije komponent k merilni negotovosti, po potrebi tudi na osnovi presoje, in posvetiti posebno pozornost najpomembnejšim.

6.6.2 Pri odločanju o tem, ali lahko nek prispevek k merilni negotovosti zanemarimo, je pomembno upoštevati:

- relativno velikost največjega in najmanjšega prispevka. Na primer prispevek, ki znaša eno petino največjega prispevka, bo h kombinirani standardni merilni negotovosti prispeval največ 2 %;
- vpliv na poročano merilno negotovost. Nespametno je delati poenostavitve, ki bistveno vplivajo na poročano negotovost ali interpretacijo rezultatov;
- stopnjo upravičene zahtevnosti pri ovrednotenju merilne negotovosti z upoštevanjem zahtev naročnika, zakonskih in drugih zunanjih zahtev, identificiranih na primer med pregledom pogodbe.

6.7 Uporaba podatkov iz prejšnjih študij

Da bi lahko uporabili rezultate iz prejšnjih študij metode za ovrednotenje merilne negotovosti, je treba dokazati veljavnost uporabe rezultatov prejšnjih študij. Tako dokazovanje je ponavadi sestavljeno iz:

- dokazovanja, da je mogoče doseči natančnost, ki je primerljiva s prej doseženo natančnostjo;
- dokazovanja, da je uporaba prej pridobljenih podatkov o odstopanju od prave vrednosti upravičena, npr. z ugotavljanjem odstopanja od prave vrednosti na ustreznih referenčnih materialih (glej na primer ISO Vodilo 33 [4]), z zadovoljivim sodelovanjem na ustreznih shemah usposobljenosti ali drugih medlaboratorijskih primerjavah;
- stalnega izvajanja metode v okvirih statističnih kontrol, prikazanega z rezultati redne uporabe kontrolnih vzorcev, in uvedbe učinkovitih postopkov zagotavljanja kakovosti analiz.

Če so zgornji pogoji izpolnjeni in če se metoda uporablja v ustreznem obsegu in na ustreznem področju, je neposredna uporaba podatkov iz prejšnjih študij (vključno z validacijskimi študijami) pri ovrednotenjih merilne negotovosti v tem laboratoriju običajno sprejemljiva.

Če se pri metodah, ki se uporabljajo v okviru definiranega obsega, v fazi usklajevanja izkaže, da so bili v validacijsko študijo vključeni vsi identificirani izvori merilne negotovosti, ali če se dokaže, da so

prispevki preostalih izvorov zanemarljivi, se lahko kot kombinirana standardna merilna negotovost uporabi standardni odmik obnovljivosti s_R .

Če obstajajo kakšni pomembnejši izvori merilne negotovosti, ki niso vključeni v validacijsko študijo, se njihov prispevek ovrednoti ločeno in kombinira z s_R , da dobimo kombinirano merilno negotovost.

7 POROČANJE O REZULTATIH KVANTITATIVNEGA PRESKUŠANJA

Pri kvantitativnih preskušanjih vedno dobimo neko vrednost, ki jo po možnosti izrazimo v enotah sistema SI. Napotkom iz tega poglavja moramo slediti kadar je treba poročati tudi o pripadajoči merilni negotovosti (glej ISO/IEC 17025 [7]).

7.1 Ko smo izračunali razširjeno merilno negotovost za opredeljeno stopnjo zaupanja (praviloma 95 %), poročamo o rezultatu preskušanja y in o razširjeni merilni negotovosti kot o $y \pm U$, ki ji dodamo izjavo o zaupanju. Izjava bo odvisna od narave verjetnostne porazdelitve; v nadaljevanju je podanih nekaj primerov.

Če se zahteva drugačna stopnja zaupanja, je treba spremeniti vse spodnje točke, ki se nanašajo na stopnjo zaupanja 95 %.

7.1.1 Normalna porazdelitev

V splošnem je varno predpostaviti normalno porazdelitev z vidika zagotovitve intervala pokritja pri 95% stopnji zaupanja, kadar je model linearen glede na vhodne veličine in če je izpolnjen eden od naslednjih treh pogojev:

1. obstaja en sam, prevladujoč prispevek k merilni negotovosti, ki izhaja iz normalne porazdelitve, in pripadajoča prostostna stopnja presega 30 ;
2. trije največji prispevki k merilni negotovosti so primerljive velikosti;
3. trije največji prispevki k merilni negotovosti so primerljive velikosti in efektivna prostostna stopnja³ presega 30.

V takih okoliščinah lahko podamo naslednjo izjavo:

Poročana razširjena merilna negotovost temelji na standardni merilni negotovosti, pomnoženi s faktorjem pokritja $k = 2$, ki pri normalni porazdelitvi daje stopnjo zaupanja približno 95 %.

Opomba: Če je merilni model na tistem območju, ki nas zanima, izrazito nelinearen, normalnosti NE smemo domnevati, še zlasti če so merilne negotovosti vhodnih veličin v primerjavi s samimi vhodnimi vrednostmi velike. V takih okoliščinah se moramo sklicevati na naprednejša besedila, npr. GUM.

7.1.2 t- porazdelitev

³ Efektivno stopnjo svobode lahko ocenimo na enega od naslednjih načinov:

- da vzamemo efektivno prostostno stopnjo za en sam, prevladujoč prispevek
- da uporabimo Welch-Satterthwaitovo formulo iz vodila GUM in EA-4/02
- (približno) da vzamemo število prostostnih stopenj za največji prispevek.

t-porazdelitev lahko predpostavimo, če so izpolnjeni (zgornji) pogoji za normalnost, prostostna stopnja pa je manj kot 30. V takih okoliščinah lahko podamo naslednjo izjavo (v katero namesto XX in YY vnesemo ustrezne numerične vrednosti):

Poročana razširjena merilna negotovost temelji na standardni merilni negotovosti, pomnoženi s faktorjem pokritja $k = XX$, ki za trikotno porazdelitev z efektivno prostostno stopnjo $v_{eff} = YY$ daje stopnjo zaupanja približno 95 %.

7.1.3 Prevladujoči (nenormalni) prispevki pri ovrednotenju merilne negotovosti tipa B

Če v merilni negotovosti, povezani z merilnim rezultatom, prevladuje prispevek, ki je posledica nenormalne vhodne veličine, in če je ta prispevek tako velik, da ne dobimo normalne ali t-porazdelitve, ko je bila izvedena konvolucija z ostalimi vhodnimi veličinami, moramo še posebej paziti, da dobimo tak faktor pokritja, ki bo dal stopnjo zaupanja približno 95 %. Za aditivni model, t.j. če je merjeno veličino mogoče izraziti kot linearno kombinacijo vhodnih veličin, lahko PDF merjene veličine dobimo s konvolucijo t.j. širjenjem PDF-ov vhodnih veličin. Celo v takem primeru, in skoraj vedno, kadar gre za nelinearen model, pa bo izračun zapleten. Najlažje izvedljiv pristop je predpostaviti, da bo dobljena porazdelitev le nekoliko drugačna od porazdelitve prevladujoče komponente.

Velikokrat lahko prevladujoči nenormalni vhodni veličini pripišemo pravokotno porazdelitev. V takem primeru lahko pravokotno porazdelitev pripišemo tudi merjeni veličini. Razširjeno merilno negotovost pri 95-odstotni stopnji zaupanja lahko dobimo tako, da kombinirano merilno negotovost pomnožimo z $0.95\sqrt{3} = 1.65$. V takih okoliščinah lahko podamo naslednjo izjavo:

V poročani razširjeni merilni negotovosti prevladuje ena sama komponenta merilne negotovosti, za katero je bila predpostavljena pravokotna porazdelitev verjetnosti. Zato smo uporabili faktor pokritja 1.65 (= $0.95\sqrt{3}$), da bi dobili stopnjo zaupanja približno 95 %.

7.2 V tem dokumentu se izraz *približno* razlaga kot *efektivno* ali *najbolj smotrno*

7.3 Prav tako se moramo sklicevati na metodo, po kateri so bile merilne negotovosti ovrednotene.

7.4 V nekaterih situacijah preskušanja se lahko zgodi, da za vsako komponento merilne negotovosti ne bo mogoče ovrednotiti meroslovno brezhibnih številčnih vrednosti; v takih okoliščinah mora biti način poročanje takšen, da bo to jasno. Če na primer merilna negotovost temelji samo na ponovljivosti, ne upošteva pa drugih faktorjev, moramo to navesti.

7.5 Če merilna negotovost vzorčenja ni bila v celoti upoštevana, moramo jasno navesti tudi, da se rezultat in z njim povezana merilna negotovost nanašata samo na preskušani vzorec, ne pa tudi na celoto, iz katere naj bi bil vzorec vzet.

7.6 Število decimalnih mest v navedeni merilni negotovosti mora vedno odražati praktično merilno zmogljivost. Glede na proces ovrednotenja merilnih negotovosti je redko upravičeno poročati več kot dve signifikantni mesti. Pogosto zadošča eno samo signifikantno mesto. Tudi numerično vrednost

rezultata zaokrožimo tako, da zadnje decimalno mesto odgovarja zadnjemu decimalnemu mestu merilne negotovosti. V obeh primerih veljajo normalna pravila zaokroževanja.

Na primer, če je rezultat 123,456 enote, in je bila ovrednotena merilna negotovost 2,27 enote, podajamo rezultat kot na dve signifikantni mesti zaokroženo vrednost 123,5 enote $\pm 2,3$ enote.

7.7 Rezultat preskušanja lahko ponavadi izrazimo kot $y \pm U$. Lahko pa pride do situacij, ko sta zgornja in spodnja meja različni, npr. če gre za kosinusne pogreške. Če so take razlike majhne, je najbolj praktično, da poročamo razširjeno merilno negotovost kot \pm večja od obeh vrednosti. Če pa je med zgornjo in spodnjo vrednostjo pomembna razlika, ju je treba ločeno ovrednotiti in o njima ločeno poročati. To lahko dosežemo npr. tako, da v PDF za merjeno veličino določimo najkrajši interval pokritja na želeni stopnji zaupanja.

Na primer, za merilno negotovost +6.5 enot in -6.7 enot, lahko iz praktičnih razlogov enostavno navedemo ± 6.7 enote. Če pa bili vrednosti +6.5 enote in -9.8 enote, bi ju morali ločiti, npr. +6.5 enote; -9.8 enote.

8 POSTOPNO UVAJANJE KONCEPTA MERILNE NEGOTOVOSTI

Dejstvo je, da je na različnih področjih preskušanja različno poznavanje matematičnega modeliranja in določanja različnih vplivnih faktorjev.

Ta vidik moramo pri uvajanju standarda ISO/IEC 17025 upoštevati. V splošnem ne moremo pričakovati od laboratorijev, da bodo začeli z znanstveno raziskavo za ocenitev merilne negotovosti, povezane z njihovimi meritvami in preskusi. Zahteve akreditacijskih organov, ki se nanašajo na to področje je treba prilagoditi trenutnemu znanju na določenem področju preskušanja.

Če matematični model kot podlaga za ovrednotenje merilne negotovosti ni na voljo, lahko laboratorij

- naredi seznam tistih veličin in parametrov, za katere pričakuje, da bodo imeli pomemben vpliv na merilno negotovost, in oceni njihov prispevek h kombinirani merilni negotovosti;
- uporabi podatke o ponovljivosti ali obnovljivosti, ki so na voljo iz validacije, notranjega zagotavljanja kakovosti ali medlaboratorijskih primerjav;
- se sklicuje na podatke ali postopke iz ustreznih preskusnih standardov;
- kombinira zgoraj omenjene pristope.

Kjer je le mogoče, naj si laboratorij prizadeva za izboljšanje svojih ovrednotenj merilne negotovosti, na primer z upoštevanjem:

- zadnjih podatkov iz notranjega zagotavljanja kakovosti, da bi razširil statistično osnovo za ovrednotenje merilne negotovosti;
- novih podatkov iz sodelovanja v medlaboratorijskih primerjavah ali preskušanjih usposobljenosti;
- revizij ustreznih standardov;
- posebnih vodil za določeno področje preskušanja.

Akreditacijski organi bodo tako lahko svoje zahteve v zvezi z merilno negotovostjo ponovno definirali skladno z razvojem znanja na tem področju. Sčasoma se bodo razlike med zahtevami glede načina ocenjevanja merilne negotovosti na različnih področjih zmanjšale. Vendar pa morajo laboratoriji izbrati najprimernejši pristop za svoje področje in ovrednotiti merilno negotovost v takšnem obsegu, da bo ustrezala nameravani uporabi.

9 PREDNOSTI OVREDNOTENJA MERILNE NEGOTOVOSTI ZA PRESKUŠEVALNE LABORATORIJE

Čeprav je lahko postopek zamuden, pa ima ovrednotenje merilne negotovosti pri preskušanju številne prednosti.

- Merilna negotovost na kvantitativen način pomaga pri pomembnih vprašanjih, kot so na primer obvladovanje tveganj in kredibilnost rezultatov preskušanj.
- Navedba merilne negotovosti lahko predstavlja neposredno konkurenčno prednost, saj dodaja vrednost in pomen rezultatu.
- S poznavanjem kvantitativnih vplivov posameznih veličin na rezultat izboljšamo zanesljivost postopka preskušanja. Bolj učinkovito se izvajajo korektivni ukrepi, ki s tem postanejo tudi stroškovno učinkovitejši.
- Z ovrednotenjem merilne negotovosti dobimo izhodišče za optimizacijo postopkov preskušanja, saj sam proces preskušanja bolje razumemo.
- Naročniki, kot so organi za certificiranje proizvodov, potrebujejo pri navajanju skladnosti s specifikacijami informacije o merilni negotovosti, povezani z rezultati.
- Stroške kalibracije lahko zmanjšamo, če lahko na podlagi ovrednotenja dokažemo, da določene vplivne veličine ne prispevajo bistveno k merilni negotovosti.

10 LITERATURA

[1] Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement. BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML. International Organization for Standardization, Natisnjeno v Švici, ISBN 92-67-10188-9, Prva izdaja, 1993. Popravki in ponatis leta 1995.

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

[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 (v sodelovanju z EUROLAB in EURACHEM) avg. 2001
- [11] EA-4/02 Expression of the Uncertainty of Measurements in Calibration (vključno z dopolnili 1 in 2 k EA-4/02) (*prej EAL-R2*), dec. 1999
- [12] EURACHEM / CITAC Guide CG 4, Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement (druga izdaja) 2000
- [13] EURACHEM, The Fitness for Purpose of Analytical Methods (ISBN 0- 948926-12-0) 1998
- [14] EUROLAB, Technical report No.1/2002, junij 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 BIBLIOGRAFIJA

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) (Pomoč pri procesu ovrednotenja in uporabi negotovosti merjenja in rezultatov preskušanja)

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

12 DODATEK

Spisek dokumentov (normativnih in nenormativnih, obstoječih ali v pripravi) o merilni negotovosti (dokument sta sestavili delovni skupini CEN / WG 122 in EA group «uncertainty»), zbral Bernd Siebert.

Dodatek: Abecedni seznam 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 Verfahrenskenngrößen - Ermittlung in einem Ringversuch unter Vergleichsbedingungen - 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 (julij 1997)

EA-10/04 Uncertainty of Calibration Results in Force Measurement (avgust 1996)

EA-10/14 EA Guidelines on the Calibration of Static Torque Measuring Devices (junij 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 (OPOMBA: Obsežen tehnični priročnik, ki pa ni obravnavan v kontekstu tega spiska.)

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 (*several documents*)
- 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, v holandščini)
- NEN 7777 Draft** Environment - Performance characteristics of measurement methods (2001, v holandščini)
- NEN 7778 Draft** Environment - Equivalency of measurement methods (2001, v holandščini)
- 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 v holandščini)** Uitdrukken van de meetonzekerheid (vertaling van EAL-R2) (prevod EAL-R2 v holandščino)
- NPR 2813 (NEN, Netherlands)** Uncertainty of length measurement – Terms, definitions and guidelines
- NPR 7779 Draft** Environment - Evaluation of the uncertainty of measurement results (2002, v holandščini)
- 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 (dec. 1998)

VDI/VDE 2622, BI 2 Entw Kalibrieren von Messmitteln für elektrische Größen - Methoden zur Ermittlung der Messunsicherheit (okt. 1999)