

**EA upute za
izražavanje
nesigurnosti pri
količinskom
ispitivanju**

SVRHA

Svrha je ovoga dokumenta usklađenje određivanja nesigurnosti pridružene mjernim i ispitnim rezultatima u EA-u. Da bi se to postiglo, za određivanje tih nesigurnosti daju se preporuke i savjeti.

NAKLADNIK: *Državni zavod za mjeriteljstvo* • ZA IZDAVAČA: *Mirko Vuković* • PREVEO S ENGLESKOG JEZIKA: *Mirko Vuković* • LEKTORIRAO: *Luka Vukojević* • PRIPREMA SLOGA: *Mirela Mikić Muha, LASERplus d.o.o., Zagreb* • Zagreb, ožujka 2008.

Sadržaj

Odjeljak	Stranica
1 Uvod	3
2 Područje primjene	3
3 Izjava o politici	3
4 Sažet prikaz GUM-a	4
5 Pouke o mjerenju i količinskome ispitivanju	5
5.1 Zahtjevi	5
5.2 Posebne poteškoće određivanja nesigurnosti pri ispitivanju	6
6 Uporaba podataka vrednovanja i djelotvornosti metode za određivanje nesigurnosti	7
6.1 Izvori podataka za djelotvornost metode za vrednovanje	7
6.2 Podaci prikupljeni tijekom vrednovanja i ovjeravanja ispitne metode prije primjene u ispitnome okolišu	8
6.3 Međulaboratorijsko proučavanje djelotvornosti ispitnih metoda u skladu s normom ISO 5725 ili istovrijedno proučavanje	9
6.4 Podaci o procesu ispitivanja ili mjerenja upravljanja kakvoćom	10
6.5 Podaci o ispitivanju osposobljenosti	10
6.6 Značenje doprinosa nesigurnosti	11
6.7 Uporaba podataka iz prethodnih proučavanja	11
7 Iskazivanje rezultata o količinskim ispitivanjima	11
8 Primjena koncepcije nesigurnosti korak po korak	13
9 Koristi koje od određivanja nesigurnosti imaju ispitni laboratoriji	13
10 Referencije	14
11 Bibliografija	14
12 Dodatak	14

1 Uvod

Upute za iskazivanje mjerne nesigurnosti (GUM) [1] EA priznaje kao glavni dokument o mjernoj nesigurnosti. Prema tomu, sukladnost s GUM-om općenito se zahtijeva za posebne upute i preporuke za određivanje mjerne nesigurnosti u svakome području primjene koje je povezano s djelatnošću EA-a.

GUM se također općenito primjenjuje i na ispitivanje, premda postoje odlučne razlike između postupaka mjerenja i ispitivanja. Priroda nekih postupaka ispitivanja može otežavati strogu primjenu GUM-a. Točka 6. daje upute o tome kako se postupa u takvim slučajevima.

Kad god je to moguće, od akreditiranih se ispitnih laboratorija zahtijeva da kad iskazuju nesigurnosti pridružene količinskim rezultatima to rade u skladu s GUM-om. Temeljni je zahtjev GUM-a da se za određivanje nesigurnosti upotrebljava kakav model. Taj model treba obuhvaćati sve veličine koje mogu znatnije pridonositi nesigurnosti pridruženoj ispitnomu rezultatu. Postoje međutim okolnosti kad je nepotrebno trošiti energiju da se razvije podroban model. U takvome slučaju treba prihvaćati druge utvrđene upute i druge metode koje se temelje npr. na vrednovanju i podacima o djelatnosti metode koja se upotrebljava.

Kako bi se osiguralo da korisnici imaju punu korist od usluga laboratorija, akreditirani ispitni laboratoriji razvili su odgovarajuća načela za njihovu suradnju s korisnicima. Korisnici imaju pravo očekivati da ispitni izvještaji budu stvarno ispravni, korisni i razumljivi. Ovisno o situaciji, korisnici su također zainteresirani za kakvoću svojstava, a posebno:

- za pouzdanost rezultata i količinske izjave o toj pouzdanosti, tj. nesigurnosti
- te za razinu povjerenja u izjavu o sukladnosti o proizvodu koja se može izvesti iz ispitnih rezultata i pridružene povećane nesigurnosti.

Za opis kakvoće ispitne metode također su važna druga svojstva kakvoće kao što su ponovljivost, obnovljivost međupreciznosti, istinitost, neosjetljivost i selektivnost.

Ovaj se dokument ne bavi uporabom nesigurnosti u ocjeni sukladnosti. Općenito, kakvoća ispitnog rezultata ne odražava najbolju nesigurnost koja se može postići ili najmanju nesigurnost. Točka 2. određuje opseg primjene ovih uputa, a točka 3. prikazuje izjavu o politici koju su zajednički izradili EUROLAB, EURACHEM i EA. Točke 4., 5. i 6. gradivo su za učenje. Točka 4. daje sažet prikaz GUM-a. Točka 5. daje sažet pregled postojećih zahtjeva u skladu s normom ISO/IEC 17025 [7] i strategiju za primjenu određivanja nesigurnosti. Ona također otkriva neke poteškoće pridružene određivanju nesigurnosti pri ispitivanju. Zahtjevi EA-a koji se odnose na davanje izvještaja o mjernim rezultatima daju se u točki 7. Upute za primjenu nesigurnosti korak po korak u ispitivanju daju se u točki 8. Koristi od razrade nesigurnosti pridružene vrijednostima koje su dobivene količinskim ispitivanjem prikazuju se u točki 9.

2 Područje primjene

Ovaj je dokument namijenjen da osigura upute za određivanje¹⁾ nesigurnosti pri količinskome ispitivanju. Sva ispitivanja koja uključuju određivanje brojčane vrijednosti mjerene veličine ili značajke nazivaju se količinskim ispitivanjem. Za određivanje vrijednosti nesigurnosti pri umjeravanju treba se oslanjati na EA-4/02.

3 Izjava o politici

Izvadak iz dokumenta ILAC-G17:2002, *Uvod u pojam mjerne nesigurnosti pri ispitivanju u vezi s primjenom norme ISO/IEC 17025 [15]*:

1. Izjava o mjernoj nesigurnosti treba sadržavati dostatno podataka za uspoređivanje.
2. Temeljni su dokumenti GUM i norma ISO/IEC 17025, ali mogu biti potrebna specifična područna tumačenja.

¹⁾ Nazivu određivanje nesigurnosti daje se prednost u odnosu na naziv *procjena*. Prvi je naziv općenitiji i primjenjuje se na različite pristupe za nesigurnost. Taj je odabir također proveden kako bi bio u skladu s rječnikom koji se upotrebljava u GUM-u.

3. *Za sada se razmatra samo mjerna nesigurnost pri količinskome ispitivanju. Znanstvena zajednica treba razviti strategiju o postupanju s rezultatima iz kvalitativnih ispitivanja.*
 4. *Temeljni zahtjev treba biti procjena sveukupne nesigurnosti ili identifikacija glavnih sastavnica nakon čega se nastoji procijeniti njihova veličina i veličina sastavljene nesigurnosti.*
 5. *Kao temelj za procjenu mjerne nesigurnosti treba upotrebljavati postojeće pokusima dobivene podatke (dijagrami za upravljenje kakvoćom, vrednovanje, kružna ispitivanja, PT, CRM, priručnici itd.)*
 6. *Postoje tri slučaja kad se upotrebljava normirana ispitna metoda:*
 - *kad se upotrebljava normirana ispitna metoda koja sadrži upute za određivanje nesigurnosti, ne očekuje se da će ispitni laboratoriji učiniti više nego slijediti postupak određivanja nesigurnosti kako je dan u toj normi²⁾;*
 - *ako koja norma daje tipičnu mjernu nesigurnost za ispitne rezultate, laboratoriji mogu navoditi tu brojku ako mogu dokazati potpunu sukladnost s ispitnom metodom;*
 - *ako norma implicitno uključuje mjernu nesigurnost ispitnih rezultata, nisu nužne nikakve dodatne radnje.*
- Ne treba očekivati od ispitnih laboratorija da urade više nego da daju kratke napomene i primjenjuju podatke koji se odnose na nesigurnost danu u normi, tj. da navode primjenjivu brojku ili provode primjenjivi postupak za procjenu nesigurnosti. Norme koje specificiraju ispitne metode treba pregledati s obzirom na procjenu i iskazivanje nesigurnosti ispitnih rezultata te ih u skladu s tim trebaju preraditi normirne organizacije.*
7. *Zahtijevana dubina procjena nesigurnosti može se razlikovati u različitim tehničkim područjima. Čimbenici koje treba uzimati u obzir uključuju:*
 - *zdrav razum*
 - *utjecaj mjerne nesigurnosti na rezultat (prikladnost za određivanje)*
 - *prikladnost*
 - *razorastavanje stupnjeva strogosti u određivanju mjerne nesigurnosti.*
 8. *U određenim slučajevima može biti dostatno dati samo izjavu o obnovljivosti.*
 9. *Kad je procjena mjerne nesigurnosti ograničena, to treba objasniti u svakom izvještaju o nesigurnosti.*
 10. *Ne treba razvijati nove upute kad već postoje uporabive upute.*

4 Sažet prikaz GUM-a

GUM se temelji na strogoj teoriji i osigurava dosljedno i prenosivo određivanje mjerne nesigurnosti te služi kao potpora mjernoj sljedivosti. U idućim se stavcima daje kratko tumačenje temeljnih ideja i pojmova.

U GUM-u se mogu utvrditi tri razine. To su temeljne ideje, preporuke i postupci određivanja vrijednosti nesigurnosti. Zbog dosljednosti se zahtijeva da se prihvate temeljni pojmovi i primjenjuju preporuke. Temeljni postupak određivanja vrijednosti nesigurnosti prikazan u GUM-u, zakon prijenosa nesigurnosti, primjenjuje se na linearne i linearizirane modele (vidi u nastavku). On se treba primjenjivati kad god je to primjereno, budući da se može primjenjivati izravno i lako. Međutim, u određenim se slučajevima mogu zahtijevati naprednije metode kao što su uporaba modela s razvojem po članovima višega reda ili prijenos razdioba vjerojatnosti.

Ovo su temeljne ideje pri određivanju nesigurnosti:

- *znanje o svakoj veličini koja utječe na mjerenu veličinu načelno je nepotpuno te se na temelju toga znanja vrijednosti koje se mogu pripisati toj veličini mogu izraziti funkcijom gustoće vjerojatnosti;*
- *kao najbolja procjena vrijednosti veličine uzima se očekivana vrijednost te funkcije gustoće vjerojatnosti;*
- *kao standardna nesigurnost pridružena toj procjeni uzima se standardno odstupanje te funkcije gustoće vjerojatnosti;*
- *zaključak o funkciji gustoće vjerojatnosti može se izvesti na temelju znanja o nekoj veličini:*
 - *iz opetovanih mjerenja (određivanje A vrste)*
 - *iz znanstvene pr osudbe koja se temelji na svim raspoloživim podacima o mogućoj promjenjivosti veličine (određivanje B vrste).*

²⁾ Laboratoriji trebaju dokazati potpunu sukladnost s ispitnim metodama.

Na temelju GUM-a ovaj dokument prikazuje:

- model oblikovan kako bi se uzeli u obzir međusobni odnosi ulaznih veličina koje utječu na mjerenu veličinu
- ispravke uključene u model kako bi se uzela u obzir sustavna djelovanja; takvi su ispravci bitni za postizanje sljedivosti prema utvrđenim referencijama (npr. prema potvrđenoj referentnoj tvari, referentnim mjernim postupcima, SI jedinicama)
- iskazivanje mjernog rezultata kojim se specificira vrijednost i količinski prikazuje kakvoća toga rezultata
- dobivanje, kad se to zahtijeva, odsječka oko mjernog rezultata za koji se može očekivati da obuhvaća velik udio vrijednosti koje se mogu razumno pripisati mjerenoj veličini. Taj odsječak, koji se često naziva povećanom nesigurnošću, veoma je prikladan količinski pokazatelj kakvoće rezultata. Povećana nesigurnost često se izražava kao višekratnik standardne nesigurnosti. Taj se množitelj naziva faktorom pokrivanja k (vidi točku 7).

Postupak određivanja vrijednosti ima ukupno četiri dijela:

- Izvod modela mjerenja. Budući da je to općenito najteži dio određivanja vrijednosti nesigurnosti preporučuje se uporaba odnosa uzrok-posljedica koji povezuje ulazne veličine s mjerenim veličinama.
- Dobivanje funkcija gustoće vjerojatnosti ulaznih veličina u model na temelju danih podataka o tim veličinama. U mnogim slučajevima u praksi za svaku funkciju gustoće vjerojatnosti potrebno je specificirati samo očekivanu vrijednost i standardno odstupanje, tj. najbolju procjenu svake veličine i standardnu nesigurnost pridruženu toj procjeni.
- Prijenos nesigurnosti. Temeljni postupak (zakon prijenosa nesigurnosti) može se primijeniti na linearni ili linearizirani model, ali je podložan određenim ograničenjima. Radna skupina Zajedničkog odbora za upute u mjeriteljstvu (JCGM) priprema upute za općenitiju metodu (prijenos funkcija gustoće vjerojatnosti), što uključuje zakon prijenosa nesigurnosti kao poseban slučaj.
- Iskazivanje potpunoga mjernog rezultata davanjem najbolje procjene vrijednosti mjerene veličine, sastavljene standardne nesigurnosti pridružene toj procjeni i povećane nesigurnosti (točka 7).

GUM[1] u svojoj 7. točki pod naslovom "Iskazivanje nesigurnosti" daje upute za iskazivanje potpunoga mjernog rezultata. U točki 7. ovoga dokumenta primjenjuju se preporuke GUM-a i daju ponešto detaljnije upute. Napominjemo da GUM dopušta uporabu sastavljene mjerne nesigurnosti $u_c(y)$ ili povećane nesigurnosti $U(y)$, tj. poluširine odsječka koji ima utvrđenu razinu povjerenja kao mjere nesigurnosti. Međutim, ako se upotrebljava povećana nesigurnost, mora se utvrditi faktor pokrivanja k koji je jednak vrijednosti $U(y)/u_c(y)$.

Za određivanje vrijednosti nesigurnosti pridružene mjerenoj veličini Y potrebno je znati samo:

- model ($Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N)$)
- najbolje procjene x_i svih ulaznih veličina X_i i
- nesigurnosti $u(x_i)$ i koeficijente korelacije $r(x_i, x_j)$ pridružene procjenama x_i i x_j .

Najbolja procjena x_i očekivana je vrijednost funkcije gustoće vjerojatnosti ulazne veličine X_i , $u(x_i)$ standardno je odstupanje te funkcije gustoće vjerojatnosti, a $r(x_i, x_j)$ omjer je kovarijancije između procjena x_i i x_j i umnoška standardnih odstupanja.

Da bi se iskazala sastavljena nesigurnost $u_c(y)$ pridružena mjernom rezultatu y , ne zahtijeva se dodatno znanje o funkciji gustoće vjerojatnosti. Da bi se iskazala poluširina intervala koji ima određenu razinu povjerenja, tj. povećana nesigurnost, nužno je znati funkciju gustoće vjerojatnosti. To zahtijeva veće znanje jer dva parametra, očekivana vrijednost i standardno odstupanje, ne specificiraju u potpunosti funkciju gustoće vjerojatnosti, osim ako je poznato da je to Gaussova funkcija gustoće vjerojatnosti.

Točka 7. daje upute za dobivanje povećane nesigurnosti u onim slučajevima kad se za mjerenu veličinu Y ne pretpostavlja Gaussova funkcija gustoće vjerojatnosti.

5 Pouke o mjerenju i količinskome ispitivanju

5.1 Zahtjevi

Načelno, norma ISO/IEC 17025 ne uključuje nove zahtjeve koji se odnose na mjernu nesigurnost, nego se bavi tim predmetom detaljnije nego prijašnja verzija te norme:

"5.4.6 Procjena mjerne nesigurnosti

5.4.6.1 Umjerni ili ispitni laboratorij koji provodi svoja vlastita umjerenja mora primjenjivati postupak procjene mjerne nesigurnosti za sva umjerenja i sve vrste umjerenja.

5.4.6.2 Ispitni laboratoriji moraju imati postupke za procjenu mjerne nesigurnosti i primjenjivati te postupke. U određenim slučajevima narav metoda ispitivanja može spriječiti stroge, mjeriteljski i statistički valjane izračune mjerne nesigurnosti. U tim slučajevima laboratorij mora barem pokušati utvrditi sve sastavnice mjerne nesigurnosti i učiniti razumnim procjenu te mora osigurati da oblik izvještaja o rezultatima ne daje pogrešan utisak o nesigurnosti. Razumna procjena mora se temeljiti na poznavanju djelotvornosti metode i područja mjerenja te mora upotrebljavati npr. prijašnja iskustva i podatke o vrednovanju.

Napomena 1.: Potreban stupanj strogosti u procjeni mjerne nesigurnosti ovisi o čimbenicima kao što su npr.:

- zahtjevi ispitne metode
- zahtjevi kupaca
- postojanje uskih granica na kojima se temelje odluke o sukladnosti sa specifikacijom.

Napomena 2.: U onim slučajevima gdje se dobro poznatom ispitnom metodom utvrđuju granice vrijednosti glavnih izvora mjerne nesigurnosti i utvrđuje oblik prikazivanja izračunanih rezultata, smatra se da laboratorij zadovoljava tu točku i upute za iskazivanje (vidi točku 5.10).

5.4.6.3 Kad se procjenjuje mjerna nesigurnost prikladnim metodama analize, moraju se uzeti u obzir sve sastavnice nesigurnosti koje su u danome slučaju važne.

Napomena 1.: Izvori koji doprinose nesigurnosti uključuju upotrijebljene referentne etalone i referentne tvari, upotrijebljavane metode i opremu, okolišne uvjete, svojstva te stanje elementa koji se ispituje ili umjerava i rukovatelja, ali nisu na to nužno ograničeni.

Napomena 2.: Predviđeno dugotrajno ponašanje elementa koji se ispituje i/ili umjerava obično se ne uzima u obzir kad se procjenjuje mjerna nesigurnost.

Napomena 3.: Za dodatne podatke vidi normu ISO 5725 i Upute za iskazivanje mjerne nesigurnosti (vidi bibliografiju)."

5.2 Posebne poteškoće određivanja nesigurnosti pri ispitivanju

Nazivi "ispitni rezultat" i "mjerni rezultat" odgovaraju dvama dobro definiranim pojmovima. U mjeriteljstvu se upotrebljava riječ "mjerena veličina", kako je definirana u VIM-u [2. natuknica 2.6], a u ispitivanju se prednost daje riječi "značajka", kako se definirana u normi ISO 3534-2 [6].

<p>mjerena veličina (VIM, 2.6) posebna veličina podvrgnuta mjerenju</p> <p>(mjerljiva) veličina (VIM, 1.1) svojstvo pojave, tijela ili tvari koje se može kvalitativno razlikovati i kvantitativno odrediti</p>	<p>značajka (ISO 3534) svojstvo koje pomaže razlikovanju jedinica dane populacije</p>
---	--

Razlika između nazivlja koje se upotrebljava u "mjerenju" i "ispitivanju" vidjet će se jasnije nakon usporedbe definicija tih dviju radnja:

<p>mjerenje (VIM, 2.1) skup postupaka kojima se određuje vrijednost kakve veličine</p>	<p>ispitivanje (ISO/IEC upute 2) tehnička radnja koja se sastoji u određivanju jedne ili više značajka danoga proizvoda, procesa ili usluge u skladu sa specificiranim postupkom</p>
---	---

Mjerena veličina kako je definirana u VIM-u poseban je prema tomu slučaj značajke kako je definirana u normi ISO 3534, u smislu da se dobro definirana značajka može smatrati mjerenom veličinom. Posebno, količinska značajka "veličina" je u definiciji VIM-a, te će tijekom ispitivanja vrijednost te veličine biti određena mjerenjem. Iz toga proizlazi da se može očekivati da će svojstva mjernih rezultata i količinskih ispitivanja biti istovjetna. Nadalje, u oba je slučaja bitna primjerena definicija mjerene veličine ili značajke. Izraz "primjerena" tu znači dostatno podrobna i povezana s procesom mjerenja ili ispitivanja, a katkad je također povezana s daljnjom uporabom rezultata.

Postoje, međutim, važne razlike u mjernoj praksi (kako se vidi u umjeravanju i ispitivanju), a one utječu na praksu određivanja vrijednosti nesigurnosti:

Mjerni proces u tipičnom slučaju daje rezultat koji načelno ne ovisi o mjernoj metodi, za razliku od različitih nesigurnosti pridruženih različitim metodama. Može se očekivati da će npr. vrijednosti temperature koje pokazuje živin i platinski otporski toplomjer biti slične (u mjeri koju određuju njima pridružene nesigurnosti), ali će nesigurnost pridružena prvoj vrijednosti biti mnogo veća od nesigurnosti pridružene drugoj.

Ispitni rezultat u tipičnome slučaju ovisi o metodi i o posebnome postupku koji se upotrebljava za određivanje značajke, katkad znatno. Općenito, različite ispitne metode mogu dati različite rezultate jer značajka nije nužno dobro definirana mjerenom veličinom.

U *mjernim postupcima* okolišni i radni uvjeti održavat će se na normiranim vrijednostima ili će se mjeriti radi primjene faktora ispravaka, a rezultat izražavati s pomoću normiranih uvjeta. Naprimjer, pri dimenzijskim mjerenjima mjerit će se temperature izrađenih komada radi ispravka rezultata zbog djelovanja toplinskog širenja, a pri mjerenju protoka plina, tlak i temperatura održavat će se na specificiranim vrijednostima ili mjeriti i upotrebljavati kao temelj za ispravak.

Ispitne se metode često određuju dogovorima. Ti dogovori odražavaju različite interese ili ciljeve:

- ispitivanje mora biti reprezentativno za stvarne uvjete uporabe proizvoda;
- ispitni uvjeti često su kompromis između krajnjih uvjeta uporabe;
- ispitni uvjeti moraju se moći lako obnoviti u laboratoriju
- pojedinačni uvjeti ispitivanja trebaju upravljati promjenjivošću ispitnih rezultata.

Kako bi se postigao posljednji cilj, definiraju se nazivna vrijednost i dopuštena odstupanja za odgovarajuće uvjete. Često se specificira temperatura ispitivanja, npr. $38,0\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$. Međutim, svim se uvjetima ne može upravljati. To pomanjkanje znanja unosi promjenjivost u rezultate. Nadzor nad takvom promjenjivošću poželjno je svojstvo ispitne metode.

U ispitivanjima se za izražavanje ispitnih rezultata upotrebljava neki pokazatelj (npr. neka fizikalna veličina). Naprimjer, kao pokazatelj za ispitivanje paljenja često se upotrebljava vrijeme paljenja. Promjenjivost rezultata povećava nesigurnost pridruženu mjerenju vremena paljenja. Međutim, u odnosu na taj doprinos prevladavaju doprinosi nesigurnosti koji su svojstveni ispitnoj metodi i neupravljanim uvjetima, premda taj aspekt treba potvrditi.

Ispitni laboratoriji trebaju pažljivo ispitati sve elemente ispitne metode i uvjete koji prevladavaju tijekom njezine primjene radi ocjene nesigurnosti pridružene ispitnom rezultatu.

Načelno se može uspostaviti matematički model koji opisuje ispitni postupak kako je to predloženo u GUM-u. Međutim, izvođenje modela može biti neizvedivo iz gospodarskih ili drugih razloga. U takvim se slučajevima mogu upotrebljavati alternativni pristupi. Posebno se glavni izvori promjenjivosti mogu češće ocjenjivati međulaboratorijskim proučavanjima kako je prikazano u normi ISO 5725 [8], koja daje procjene ponovljivosti, obnovljivosti i (katkad) istinitosti metode.

Unatoč razlikama u gornjemu nazivlju za potrebe ovoga dokumenta količinski se ispitni rezultat smatra mjernim rezultatom u smislu u kojemu se upotrebljava u GUM-u. Važna je razlika da je manje vjerojatno da će pri ispitivanju postojati usporedivi matematički model koji opisuje sva djelovanja na mjerenu veličinu. Određivanje vrijednosti nesigurnosti pri ispitivanju može prema tomu zahtijevati proučavanja valjanosti i djelotvornosti metode kako je to opisano u točki 6.

6 Uporaba podataka vrednovanja i djelotvornosti metode za određivanje nesigurnosti

6.1 Izvori podataka za djelotvornost metode za vrednovanje

Opažene značajke djelotvornosti ispitnih metoda često su bitne za određivanje vrijednosti nesigurnosti pridružene rezultatima (točka 4.). To je posebno istinito kad se rezultati podvrgavaju važnim nepredvidljivim djelovanjima koja se mogu najbolje razmotriti kao slučajna djelovanja ili kad u praktičnome radu nije moguć razvoj razumljivoga matematičkog modela. Podaci o djelotvornosti metode također veoma često uključuju istodobno djelovanje nekoli-

ko izvora nesigurnosti, te njihova uporaba može u skladu s tim znatno pojednostavniti proces određivanja nesigurnosti. Podaci o djelotvornosti ispitne metode u tipičnom se slučaju dobivaju iz:

- podataka prikupljenih vrednovanjem i provjerom ispitne metode prije njezine primjene u ispitnome okolišu
- međulaboratorijskim proučavanjima u skladu s normom ISO 5725
- prikupljenim podacima o upravljanju kakvoćom (tj. provjerom uzorka)
- programima ispitivanja osposobljenosti kako su opisani u EA-3/04 [10].

Ova točka daje opće upute za primjenu podataka iz svakog od tih izvora.

6.2 Podaci prikupljeni tijekom vrednovanja i ovjeravanja ispitne metode prije primjene u ispitnom okolišu

6.2.1 U praksi se prikladnost svrsi ispitnih metoda koje se primjenjuju na uobičajena ispitivanja često provjerava metodama proučavanja valjanosti i provjere. Tako prikupljeni podaci mogu dati obavijesti o vrijednosti nesigurnosti ispitnih metoda. Proučavanjima valjanosti količinskih ispitnih metoda u tipičnome se slučaju određuju neki ili svi od sljedećih parametara:

Preciznost. Proučavanjima u laboratoriju dobit će se preciznost pod uvjetima i međuuvjetima ponovljivosti, idealno u duljemu razdoblju i za različite tehničare i vrste ispitnih jedinica. Opažena preciznost ispitnoga postupka bitna je sastavnica sveukupne nesigurnosti, bez obzira na to je li određena kombinacijom pojedinačnih varijancija ili proučavanjem potpune metode u radu.

Pristranost. Pristranost ispitne metode obično se određuje proučavanjima odgovarajućih referentnih tvari ili ispitnih uzoraka. Njezin je cilj obično identificirati i ukloniti veću pristranost. Važna sastavnica sveukupne nesigurnosti općenito je nesigurnost pridružena određivanju pristranosti.

Linearnost. Linearnost je važno svojstvo metoda koje se upotrebljavaju za mjerenje u kakvom rasponu vrijednosti. Ispravci zbog većih nelinearnosti često se provode uporabom nelineranih funkcija umjeravanja. Alternativno, njihov se učinak može izbjeći odabirom ograničenoga radnog područja. Sva preostala odstupanja od linearnosti normalno se na zadovoljavajući način uzimaju u obzir ispravnim sveukupnim podacima o preciznosti. Ako su ta odstupanja zanemariva u usporedbi s nesigurnostima pridruženim umjeravanju, ne zahtijeva se dodatno određivanje nesigurnosti.

Sposobnost otkrivanja. Može se utvrditi donja granica djelovanja ispitne metode. Dobivena vrijednost nije izravno bitna za određivanje nesigurnosti. Nesigurnost u području ili u blizini područja te donje granice vjerojatno je važna u usporedbi s vrijednošću rezultata, što dovodi do praktičnih poteškoća u ocjeni nesigurnosti i izvješćivanju o nesigurnosti. U skladu s tim preporučuje se upućivanje na odgovarajuću dokumentaciju o obradbi i davanju izvještaja o rezultatima u tome području [13].

Selektivnost i specifičnost. Ti se nazivi odnose na sposobnost ispitne metode da reagira na odgovarajuću mjerenu veličinu u prisutnosti smjetnja, a posebno su važne u kemijskome ispitivanju. To su, međutim, kvalitativni pojmovi i ne daju izravno podatke o nesigurnosti, premda se utjecaj djelovanja koja izazivaju smetnje može načelno upotrijebiti u određivanju nesigurnosti [12].

Neosjetljivost i otpornost. Mnoge metode razvijene za protokole o vrednovanju zahtijevaju da se izravno istraži osjetljivost posebnih parametara. Neosjetljivost podataka može prema tomu osigurati podatke o djelovanju važnih parametara, a posebno je važna u utvrđivanju jesu li dana djelovanja važna [13].

6.2.2 Eksperimentalna proučavanja djelotvornosti metode treba provoditi pažljivo. Posebno:

- Bitna je *reprezentativnost*: trebaju se što je više moguće provoditi proučavanja kako bi se osigurao stvarni pregled broja i područja djelovanja koja djeluju tijekom normalne uporabe metode te da bi se obuhvatilo područje vrijednosti i tipova uzoraka u području primjene te metode. U tome su smislu posebno prikladne procjene preciznosti koje obuhvaćaju šire područje izvora promjenjivosti.
- Kad se sumnja da određeni čimbenici uzajamno djeluju, to uzajamno djelovanje treba uzeti u obzir. To se može postići tako da se osigura slučajan odabir na različitim razinama uzajamno ovisnih parametara ili pažljivim sustavnim planiranjem kako bi se dobili podaci o varijanciji i kovarijanciji.
- Pri provedbi proučavanja sveukupne pristranosti važno je da referentne tvari i vrijednosti odgovaraju tvarima koje se svakodnevno ispituju.

Prema tomu, od neprocjenjive je važnosti pažljivo planiranje pokusa kako bi se osiguralo da se svi bitni čimbenici ispravno uzmu u obzir i ispravno vrednuju.

6.2.3 Opća načela primjene vrednovanja i podataka o djelotvornosti na određivanje nesigurnosti slična su načelima koja se primjenjuju na uporabu gornjih podataka o djelotvornosti. Ipak, vjerojatno će dostupni podaci o djelotvornosti na prikladan način pokrivati manji broj doprinosa. U skladu s tim zahtijevat će se dodatne procjene. Uobičajeni je postupak:

- Treba sastaviti popis odgovarajućih izvora nesigurnosti. Obično je prikladno u taj popis uključiti svaku mjerenu veličinu koja se drži stalnom tijekom ispitivanja i uključiti prikladne članove preciznosti kako bi se uzimala u obzir promjenjivost pojedinačnih mjerenja ili ispitne metode kao cjeline. Dijagram uzroka i posljedica [13] veoma je prikladan način za kratak prikaz izvora nesigurnosti, koji pokazuje kako se oni međusobno odnose jedan prema drugomu i pokazuje njihov utjecaj na nesigurnost pridruženu rezultatu.
- Treba prikupiti dostupne podatke o djelotvornosti metode i podatke o umjeravanju.
- Treba provjeriti kako bi se vidjelo koji su izvori nesigurnosti prikladno uzeti u obzir dostupnim podacima. Nije općenito nužno dobiti odvojeno djelovanje svih doprinosa; kad nekoliko djelovanja pridonosi sveukupnoj slici djelotvornosti, može se smatrati da su sva takva djelovanja uzeta u obzir. Podaci o preciznosti koji pokrivaju široko područje izvora promjene prema tomu su posebno korisni jer će često istodobno obuhvaćati mnoga djelovanja (ali napominjemo da su općenito podaci o preciznosti sami nedostatni osim ako se procijeni i pokaže da su svi drugi čimbenici zanemarivi).
- Za sve izvore nesigurnosti koji nisu prikladno pokriveni postojećim podacima, treba potražiti dodatne podatke iz literature ili postojećih podataka (potvrda, specifikacija opreme i sl.) ili planirati pokuse kako bi se dobili zahtijevani dodatni podaci.

6.3 Međulaboratorijsko proučavanje djelotvornosti ispitnih metoda u skladu s normom ISO 5725 ili istovrijedno proučavanje

6.3.1 Međulaboratorijska proučavanja u skladu s normom ISO 5725 obično daju standardno odstupanje ponovljivosti s_r i standardno odstupanje obnovljivosti s_R (oboje je definirano u normi ISO 3534-1 [5]), a također mogu osigurati procjenu istinitosti (mjerenu kao pristranost s obzirom na poznatu referentnu vrijednost). O primjeni tih podataka na vrednovanje nesigurnosti u ispitivanju raspravlja se detaljno u tehničkoj specifikaciji ISO TS 21748 [9]. Opća su načela:

- i) Utvrđivanje važnosti podataka o djelotvornosti metode za mjerne rezultate iz posebnoga mjernog procesa. Točka 6.2 ovoga dokumenta daje pojedinosti o zahtijevanim mjerama.
- ii) Utvrđivanje važnosti podataka o djelotvornosti metode za ispitnu jedinicu utvrđivanjem razlika u obradbi uzorka, uzorkovanju ili očekivanoj razini odziva između jedinice koja se ispituje u laboratoriju i onih jedinica koje se ispituju suradnim proučavanjem. Može biti potrebno ugađanje standardnog odstupanja obnovljivosti kako bi se uzele u obzir npr. promjene preciznosti s razinom odziva.
- iii) Utvrđivanje i određivanje tradicionalnih nesigurnosti pridruženih faktorima koji nisu na prikladan način obuhvaćeni međulaboratorijskim proučavanjima (vidi podtočku 6.3.2).
- iv) Uporaba načela iz GUM-a kako bi se sastavili svi važni doprinosi nesigurnosti, uključujući standardno odstupanje obnovljivosti (prilagođeni ako je to potrebno), sve nesigurnosti pridružene laboratorijskoj sastavnici pristranosti za tu ispitnu metodu i nesigurnosti koje potječu od dodatnih djelovanja utvrđenih u iii).

Ta se načela primjenjuju na ispitne metode koje su podvrgnute međulaboratorijskim proučavanjima. Za te se slučajeve preporučuje kao referencija tehnička specifikacija ISO TS 21748 za pojedinosti o odgovarajućem postupku. Upute EURACHEM/CITAC [12] također daju upute o primjeni podataka o međulaboratorijskome proučavanju u kemijskom ispitivanju.

6.3.2 Posebno može biti potrebno uzeti u obzir dodatne izvore (6.3.1 iii) kao što su:

- *Uzorkovanje*. Suradna proučavanja rijetko uključuju korak uzorkovanja. Ako metoda koja se upotrebljava u kući uključuje poduzorkovanje, ili ako je mjerena veličina svojstvo malog uzorka u gomili, potrebno je istražiti djelovanja uzorkovanja i uključiti njihove učinke.
- *Predobradba*. U većini proučavanja uzorci se homogeniziraju te se mogu dodatno stabilizirati prije razdiobe. Može biti potrebno istražiti i dodati djelovanja posebnih postupaka predobradbe koji se primjenjuju u kući.
- *Pristranost metode*. Pristranost metode često se provjerava prije ili tijekom međulaboratorijskoga proučavanja, kad je to moguće, usporedbom s referentnim metodama ili tvarima. Kad su sama pristranost, standardne nesi-

gurnosti koje su pridružene upotrijebljenim referentnim vrijednostima i standardna nesigurnost pridružena procijenjenoj pristranosti malene u usporedbi sa standardnim odstupanjem obnovljivosti, nije ih potrebno uzimati u obzir za nesigurnost pridruženu pristranosti metode. Inače će ih biti potrebno uzimati u obzir.

- *Promjena uvjeta.* Laboratoriji koji sudjeluju u proučavanju mogu nastojati upravljati svojim rezultatima prema srednjim vrijednostima područja eksperimentalnih uvjeta koji nastaju kao rezultat niskih procjena područja mogućih rezultata unutar definicije metode. Međutim, kad se takva djelovanja istraže i kad se pokaže da nisu velika u njihovu cijelome dopuštenom području, ne trebaju se uzimati u obzir.
- *Promjene u tipu uzorka.* Nesigurnost koja potječe iz uzoraka sa svojstvima izvan područja obuhvaćena proučavanjem neće se uzimati u obzir.

6.4 Podaci o procesu ispitivanja ili mjerenja upravljanja kakvoćom

6.4.1 Mnogi procesi ispitivanja ili mjerenja podvrgavaju se nadzornim provjerama koje se temelje na periodičnome mjerenju stabilne, ali inače tipične ispitne jedinice, kako bi se utvrdila znatnija odstupanja od normalnog rada. Podaci koji se tako dobivaju u duljemu razdoblju pružaju vrijedan izvor podataka za određivanje nesigurnosti. Standardno odstupanje skupa takvih podataka daje sastavljenu procjenu promjenjivosti koja potječe od mnogih mogućih izvora promjene. Proizlazi da kad bi se primijenili na isti način kao gornji podaci o djelotvornosti metode, standardno bi odstupanje dalo temelj za određivanje nesigurnosti koja je trenutačno uzela u obzir glavninu promjenjivosti čije bi se određivanje inače zahtijevalo iz posebnih djelovanja.

6.4.2 Podaci o upravljanju kakvoćom te vrste općenito ne uključuju poduzorkovanje, djelovanje razlika između ispitnih jedinica, djelovanje promjena na razini odziva ili nehomogenosti u ispitnim jedinicama. Podatke o upravljanju kakvoćom treba se u skladu s tim pažljivo primjenjivati na slična gradiva, i uzimajući u obzir dodatna djelovanja koja se mogu razumno primjenjivati.

6.4.3 Podaci o točkama iz podataka o upravljanju kakvoćom koji su izazvali odbijanje mjernih i ispitnih rezultata trebaju se normalno ukloniti iz skupa podataka prije izračuna standardnog odstupanja.

6.5 Podaci o ispitivanju osposobljenosti

6.5.1 Za periodičnu provjeru sveukupne djelotvornosti laboratorija predviđena su ispitivanja osposobljenosti i najbolje ih je upotrebljavati za tu svrhu (publikacija EA-3/04 [10] i u njoj navedene uputnice). Rezultati laboratorija iz njegova sudjelovanja u ispitivanjima osposobljenosti mogu se u skladu s tim upotrebljavati za provjeru određene nesigurnosti, jer ta nesigurnost treba biti usporediva s rasipanjem rezultata koje je taj laboratorij dobio tijekom niza krugova ispitivanja osposobljenosti.

6.5.2 Općenito ispitivanja osposobljenosti ne provode se dostatno često da bi dala dobre procjene djelotvornosti pojedinačnog laboratorija u primjeni ispitne metode. Osim toga, obično se mijenjaju narav ispitnih jedinica koje kolaju kao i očekivani rezultat. Teško je prema tomu prikupiti reprezentativne podatke za dobro opisane ispitne jedinice. Nadalje, u mnogim se programima upotrebljavaju konsenzusne vrijednosti kako bi se ocijenila djelotvornost laboratorija. U skladu s tim ograničena je njihova uporaba za vrednovanje nesigurnosti. Međutim, u posebnom slučaju:

- kad su vrste ispitnih jedinica koje se upotrebljavaju u programu prikladne za sve vrste koje se ispituju svakodnevno
- kad su dodijeljene vrijednosti u svakome krugu sljedive prema odgovarajućim referentnim vrijednostima i
- kad je nesigurnost pridružena dodijeljenoj vrijednosti malena u usporedbi s opaženim rasipanjem rezultata,

rasipanje razlika između vrijednosti danih u izvještaju i dodijeljenih vrijednosti dobivenih u opetovanim krugovima daje temelj za određivanje vrijednosti nesigurnosti koja potječe iz toga dijela mjernoga postupka u okviru programa.

6.5.3 Sustavno odstupanje od sljedivih dodijeljenih vrijednosti i drugih izvora nesigurnosti (kao što su izvori spomenuti u vezi s uporabom podataka iz međulaboratorijskih proučavanja dobivenih u skladu s normom ISO 5725) mora se također uzeti u obzir.

6.5.4 Priznaje se da je gornji pristup razmjerno ograničen. Najnovije upute EUROLAB-a [14] savjetuju da podaci o ispitivanju osposobljenosti mogu imati širu primjenjivost u dobivanju prve procjene nesigurnosti u određenim okolnostima.

6.6 Značenje doprinosa nesigurnosti

6.6.1 Neće svi izvori nesigurnosti koji su identificirani tijekom određivanja nesigurnosti znatno pridonositi sastavljenoj nesigurnosti; doista, u praksi će ih vjerojatno mali broj davati doprinos. Tih nekoliko treba pažljivo proučiti kako bi se dobile pouzdane procjene njihova doprinosa. Prvu procjenu doprinosa svake sastavnice ili kombinacije sastavnica nesigurnosti treba prema tomu ako je to potrebno provesti prosudbom te treba obratiti pozornost na one koje su najvažnije.

6.6.2 Pri odlučivanju može li se doprinos nesigurnosti zanemariti važno je razmotriti:

- Relativne veličine najvećega i najmanjega doprinosa. Npr. doprinos koji je jednak jednoj petini najvećih doprinosa doprinosit će sastavljenoj standardnoj nesigurnosti najviše 2 %.
- Djelovanje na iskazanu nesigurnost. Nije mudro provoditi približenja koja materijalno utječu na iskazanu nesigurnost ili tumačenje rezultata.
- Stupanj strogosti koji je opravdan za određivanje nesigurnosti, uzimajući u obzir zahtjeve korisnika i zahtjeve iz propisa i druge utvrđene vanjske zahtjeve, npr. iz ugovora.

6.7 Uporaba podataka iz prethodnih proučavanja

Kako bi se upotrijebili rezultati prijašnjih proučavanja metoda za određivanje nesigurnosti potrebno je dokazati valjanost primjene rezultata prijašnjih proučavanja. To obično uključuje:

- dokaz da se može postići preciznost usporediva s onom koja je prije dobivena
- dokaz da je opravdana uporaba prije dobivenih podataka o pristranosti u tipičnom slučaju preko dokazivanja pristranosti bitnih referencijskih tvari (vidi npr. ISO upute 33[4]), zadovoljavajućom djelotvornošću na odgovarajućim programima osposobljenosti ili drugim međulaboratorijskim usporedbama
- trajnu djelotvornost u statističkom upravljanju kako je pokazano pravilnim rezultatima na temelju provjere kakvoće uzorka i primjenom djelotvornih analitičkih postupaka ocjene sukladnosti.

Kad se gornji uvjeti zadovolje i kad se metoda provodi u njezinu okviru i području primjene, normalno je primjenjivati podatke iz prijašnjih proučavanja (uključujući proučavanja valjanosti) izravno na određivanja nesigurnosti u dotičnome laboratoriju.

Za metode koje se primjenjuju u njihovu definiranu okviru, kad stupanj usklađenosti pokazuje da su svi identificirani izvori uključeni u proučavanje valjanosti ili kad se pokaže da su doprinosi iz svih preostalih izvora zanemarivi, kao sastavljena standardna nesigurnost može se upotrijebiti standardno odstupanje obnovljivosti s_R .

Ako postoje ikakvi važni izvori nesigurnosti koji nisu uključeni u proučavanje valjanosti, njihov se doprinos vrednuje odvojeno i sastavlja sa s_R kako bi se dobila sveukupna nesigurnost.

7 Iskazivanje rezultata o količinskim ispitivanjima

Količinsko ispitivanje uvijek daje vrijednost koju po mogućnosti treba izraziti u SI jedinicama. Upute u ovoj točki treba primjenjivati ako se iskazuje pridružena nesigurnost (vidi normu ISO/IEC 17025 [7]).

7.1 Kad se jednom za specificiranu razinu povjerenja (obično 95 %) izračuna povećana nesigurnost, ispitni se rezultat y i povećana nesigurnost U trebaju iskazati kao $y \pm U$ i popratiti izjavom o povjerenju. Ta izjava ovisi o naravi razdioba vjerojatnosti; određeni se primjeri prikazuju u nastavku.

U svim točkama u nastavku koje se odnose na razinu povjerenja od 95 % potrebno je provesti preinaku ako se zahtijeva druga razina povjerenja.

7.1.1 Normalna razdioba

Gotovo se sigurno može pretpostaviti normalna razdioba kad se daje interval pokrivanja na razini povjerenja od 95 % kad je model linearan po ulaznim veličinama i kad se primjenjuje jedna od tri sljedeće mogućnosti:

1. kad postoji jedan dominantan doprinos nesigurnosti koji potječe iz normalne razdiobe, a odgovara broju stupnjeva slobode većem od 30
2. kad su tri najveća doprinosa nesigurnosti usporedive veličine

3. kad su tri najveća doprinosa nesigurnosti usporedive veličine, a stvarni je broj stupnjeva slobode³⁾ veći od 30.

Pod tim se okolnostima može dati sljedeća izjava:

Iskazana povećana nesigurnost temelji se na standardnoj nesigurnosti pomnoženoj faktorom pokrivanja $k = 2$, koji za normalnu razdiobu daje razinu povjerenja od približno 95 %.

Napomena: Normalnost ne treba pretpostavljati ako je model mjerenja veoma nelinearan u dotičnom području, posebno ako su nesigurnosti ulaznih vrijednosti velike u usporedbi sa samim ulaznim vrijednostima. U tim je okolnostima potrebno uputiti na naprednije tekstove, npr. na GUM.

7.1.2 *t*-razdioba

Može se pretpostavljati *t*-razdioba ako se primjenjuju (gornji) uvjeti za normalnost, ali je broj stupnjeva slobode manji od 30. U tim se okolnostima može dati sljedeća izjava (u kojoj se odgovarajuće brojčane vrijednosti zamjenjuju s XX i YY):

*Iskazana povećana nesigurnost temelji se na standardnoj nesigurnosti pomnoženoj faktorom pokrivanja $k = XX$, koji za *t*-razdiobu s $v_{\text{eff}} = YY$ stupnjeva slobode daje razinu povjerenja od približno 95 %.*

7.1.3 Dominantni (nenormalni) doprinosi pri određivanju nesigurnosti B vrste

Ako je u nesigurnosti pridruženoj mjernomu rezultatu dominantan doprinos koji potječe od ulazne veličine koja nije normalna i ako je taj doprinos tako velik da se konvolucijom te veličine s preostalim ulaznim veličinama ne dobiva normalna ili *t*-razdioba, potrebno je provesti posebna razmatranja kako bi se dobio faktor pokrivanja koji će dati razinu povjerenja od približno 95 %. Za aditivni model, tj. kad se mjerena veličina može izraziti kao linearna kombinacija ulaznih veličina, funkcija gustoće vjerojatnosti može se za mjerenu veličinu dobiti konvolucijom, tj. prijenosom, funkcija gustoće vjerojatnosti ulazne veličine. Čak i u tome slučaju, i gotovo uvijek kad je model nelinearan, zahtijevana matematička obradba može ipak biti teška. U praksi se pretpostavlja da će se dobivena razdioba malo razlikovati po obliku od razdiobe te dominantne sastavnice.

U mnogim će se slučajevima toj nenormalnoj dominantnoj ulaznoj veličini dodijeliti pravokutna razdioba. U takvim slučajevima mjerenoj se veličini tada može dodijeliti pravokutna razdioba. Povećana nesigurnost na razini povjerenja od 95 % može se dobiti množenjem sastavljene nesigurnosti faktorom $0,95\sqrt{3} = 1,65$. U tim okolnostima može se izreći sljedeća tvrdnja:

U iskazanoj povećanoj nesigurnosti dominira jedna sastavnica nesigurnosti za koju se pretpostavlja pravokutna razdioba. Kako bi se dobila razina povjerenja od približno 95 % upotrebljava se prema tomu faktor pokrivanja od 1,65 ($=0,95\sqrt{3}$).

7.2 Za potrebe ovoga dokumenta naziv *približno* tumači se u značenju *djelotvorno* ili *za većinu praktičnih slučajeva*.

7.3 Daju se također uputnice na metodu kojom su određene vrijednosti nesigurnosti.

7.4 U određenim slučajevima ispitivanja ne mora biti moguće za svaku sastavnicu nesigurnosti odrediti mjeriteljski čvrstu brojčanu vrijednost; u takvim okolnostima to treba biti jasno iz načina iskazivanja. Naprimjer, ako se nesigurnost temelji samo na ponovljivosti bez razmatranja drugih faktora, tada se to treba navesti.

7.5 Osim ako nesigurnost uzorkovanja nije u potpunosti uzeta u obzir, također treba biti jasno da se rezultat i mjerena nesigurnost primjenjuju samo na ispitivani uzorak, a ne primjenjuju se ni na kakvu partiju iz koje je možda uzorak uzet.

7.6 Broj desetičnih znamenaka u iskazanoj nesigurnosti treba uvijek odražavati praktičnu mjernu sposobnost. Sa stajališta postupka određivanja nesigurnosti rijetko je opravdano davati više od dvije važne desetične znamenke. Često je prikladna jedna važna desetična znamenka. Slično i brojčanu vrijednost rezultata treba zaokruživati tako da posljednja desetična znamenka odgovara zadnjoj znamenki nesigurnosti. U oba se slučaja mogu primjenjivati uobičajena pravila zaokruživanja.

³⁾ Stvarni broj stupnjeva slobode može se procijeniti na jedan od sljedećih načina:

- uzimanjem broja stupnjeva slobode jednoga dominantnog člana
- uporabom Welch-Satterthwaiteove formule dane u GUM-u i EA-4/02
- (približno) uzimanjem broja stupnjeva slobode za najveći doprinos

Naprimjer, kad bi se dobio rezultat od 123,456 jedinica, i kad bi se određivanjem dobila nesigurnost od 2,27 jedinica, uporaba dviju desetičnih znamenaka dala bi zaokružene vrijednosti 123,5 jedinica \pm 2,3 jedinice.

7.7 Ispitni se rezultat obično može izraziti kao $y \pm U$. Međutim, mogu postojati situacije kad su gornja i donja granica različite; naprimjer, ako su uključene kosinusne pogriješke. Ako su takve razlike malene, tada je najpraktičniji pristup da se u izvještaju daje povećana nesigurnost kao \pm veća od tih dviju granica. Međutim, ako postoji velika razlika između gornje i donje vrijednosti, one se trebaju odrediti i u izvještaju dati odvojeno. To se može postići npr. određivanjem najmanjeg intervala pokrivanja na željenoj razini povjerenja u funkciji gustoće vjerojatnosti za mjernu veličinu.

Naprimjer, za nesigurnost do + 6,5 jedinica i – 6,7 jedinica, za praktične bi svrhe bilo jednostavnije iskazati \pm 6,7 jedinica. Međutim, kad bi te vrijednosti bile + 6,5 i – 9,8 jedinica, one bi se odvajale, npr. + 6,5 jedinica; – 9,8 jedinica.

8 Primjena koncepcije nesigurnosti korak po korak

Priznaje se da se znanje matematičkog modeliranja i određivanja različitih utjecajnih faktora općenito razlikuju u različitim područjima ispitivanja.

Taj se aspekt treba uzeti u obzir kad se primjenjuje norma ISO/IEC 17025. Laboratoriji općenito ne mogu očekivati da se poduzmu posebna istraživanja kako bi se ocijenile nesigurnosti pridružene njihovim mjerenjima i ispitivanjima. Odgovarajući zahtjevi tijela za akreditaciju trebaju se prilagoditi u skladu sa sadašnjim stanjem znanja u odgovarajućemu području ispitivanja.

Ako ne postoji matematički model kao temelj za određivanje vrijednosti mjerne nesigurnosti, laboratoriji mogu:

- popisati one veličine i parametre za koje se očekuje da imaju važan utjecaj na nesigurnost i procijeniti njihov doprinos sveukupnoj nesigurnosti
- upotrebljavati podatke koji se odnose na ponovljivost i obnovljivost koji bi mogli biti dostupni iz potvrđivanja, unutrašnjih osiguranja kakvoće ili međulaboratorijskih usporedaba
- upućivati na podatke ili postupke dane u odgovarajućim normama za ispitivanje
- kombinirati gore spomenute pristupe.

Laboratoriji trebaju nastojati usavršiti svoja određivanja nesigurnosti, kad je to prikladno uzimajući u obzir npr.:

- najnovije podatke iz unutrašnjeg osiguranja kakvoće radi proširenja statističkoga temelja za određivanje vrijednosti nesigurnosti
- nove podatke od sudjelovanja u međulaboratorijskim usporedbama ili ispitivanjima osposobljenosti
- preradbe odgovarajućih norma
- posebne dokumente koji daju upute za odgovarajuće područje ispitivanja.

U skladu s tim akreditacijska će tijela moći ponovno odrediti svoje zahtjeve koji se odnose na mjernu nesigurnost u skladu s razvojem znanosti u tome području. Dugoročno će se smanjiti razlike u zahtjevima za različita područja koje se odnose na način na koji se određuje mjerna nesigurnost. Laboratoriji trebaju međutim odabrati najprikladniji pristup za svoje područje i odrediti mjernu nesigurnost u mjeri u kojoj je to prikladno za namjeravanu uporabu.

9 Koristi koje od određivanja nesigurnosti imaju ispitni laboratoriji

Premda određivanje nesigurnosti može biti zadatak koji zahtijeva mnogao vremena, više je koristi od određivanja mjerne nesigurnosti.

- Mjerna nesigurnost pomaže na količinski način u važnim pitanjima kao što su upravljanje rizikom i povjerenje u ispitne rezultate.
- Izjava o mjernoj nesigurnosti može prikazati izravnu konkurentnu prednost dodavanjem vrijednosti i značenja rezultatu.
- Znanje o količinskim djelovanjima pojedinačne veličine na ispitni rezultat poboljšava pouzdanost ispitnoga postupka. Mogu se djelotvornije primjenjivati popravne mjere i prema tomu postati troškovno djelotvornije.

- Određivanje vrijednosti nesigurnosti daje polazište za optimiranje ispitnih postupaka boljim razumijevanjem procesa ispitivanja.
- Kad se utvrđuje sukladnost sa specifikacijama, korisnici kao što su potvrdbena tijela trebaju podatke o nesigurnosti koja je pridružena rezultatima.
- Troškovi umjeravanja mogu se smanjiti ako se određivanjem nesigurnosti pokaže da posebne utjecajne veličine u većoj mjeri ne pridonose nesigurnosti.

10 Referencije

- [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 GI7:2002, 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 Metrologie et application de la statistique - Aide a la demarche pour l'évaluation et l'utilisation de l'incertitude des mesures et des resultats d'essais (1999) (Help to the process for the evaluation and the use of the measurement and test result uncertainty)
- SLR Ellison, V Barwick. Accred. Qual. Assur. (1998) 3 101-105.

12 Dodatak

Spisak (normativnih i nenormativnih) dokumenata (koji postoje ili su u izradbi) o mjernoj nesigurnosti (Dokument koji je izradio CEN/WG 122 i EA skupina "nesigurnost") priredio je Bernd Siebert.

Dodatak: Abecedni popis dokumenata

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.

Dodatak: Abecedni popis dokumenata – nastavak

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)

Dodatak: Abecedni popis dokumenata – nastavak

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)

Dodatak: Abecedni popis dokumenata – nastavak

NEN 7777 Draft	Environment – Performance characteristics of measurement methods (2001 in Dutch)
NEN 7778 Draft	Environment – Equivalency of measurement methods(2001in 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 – frarimetric 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, Bl 2 Entw	Kalibrieren von Messmitteln für elektrische Größen – Methoden zur Ermittlung der Messunsicherheit (Okt. 1999)