



Evropská federace národních asociací měřicích, zkušebních a analytických laboratoří

Technická zpráva č. 1/2006
Srpen 2006

**Pokyn pro vyhodnocení
nejistoty měření výsledků
kvantitativních zkoušek**

Technická zpráva

EUROLAB Technická zpráva 1/2006
Pokyn pro vyhodnocení nejistoty měření výsledků kvantitativních zkoušek
EUROLAB Technical Report 1/2006
Guide to the Evaluation of Measurement Uncertainty for Quantitative Test Results
Srpen 2006

EUROLAB Technický sekretariát - EUROLAB
1 rue Gaston Boissier
75724 PARIS Cedex 15
FRANCE

Telefon: +33 1 40 43 39 45
Fax: +33 1 40 43 37 37
e-Mail: eurolab@lne.fr
URL: www.eurolab.org

Pokyn pro vyhodnocení nejistoty měření výsledků kvantitativních zkoušek

Redakční poznámka

Tento dokument vychází z BAM-Leitfaden zur Ermittlung von Messunsicherheiten bei quantitativen Prüfergebnissen vydaném Institutem pro výzkum materiálů a pro zkoušení (BAM), Německo [výzkumná zpráva 266, 2004], který společně BAM a administrativní výbor EUROLAB schválily k překladu do angličtiny a vydání jako technickou zprávu EUROLAB.

Původní dokument byl vypracován jménem komise BAM pro management kvality (AQM) jako technický pokyn pro podporu směrnice BAM pro odhad a specifikaci nejistoty výsledků zkoušek.

Autor: Werner Hässelbarth

Příspěvky: Manfred Golze, Siegfried Noack, Andreas Subaric-Leitis

Překlad: Nigel Pye

Úprava pro vydání: Werner Hässelbarth a Manfred Golze

Byly přijaty připomínky Bertila Magnussona (SP, Švédsko), Pascala Launeya (LNE, Francie) jménem expertní skupiny francouzského EUROLAB pro nejistotu měření a Vítora Ramose (RELACRE, Portugalsko).

Návrh technické zprávy schválil technický výbor EUROLAB pro zabezpečování kvality při zkoušení (TCQA) na svém zasedání konaném 8. května 2006 a generální shromáždění EUROLAB v Boris ve Švédsku dne 16. května 2006.

Poznámka překladatelů k českému překladu

Terminologie použitá v revidované verzi tohoto překladu vychází ze zvyklostí používaných v českých překladech dokumentů o nejistotě měření (např. odkaz 9) a zejména z víceoborového konsenzu dosaženého v roce 2008 při přípravě překladu třetího vydání Mezinárodního metrologického slovníku (Základní a všeobecné pojmy a přidružené termíny) -VIM3 (viz pozn. 3 na str. 33). Zmíněný způsob používá jiné české ekvivalenty anglických termínů, než překlady technických norem publikované dosud ČNI.

Přeložili Miloslava Mužiková a Zbyněk Plizák
©EUROLAB-CZ, Praha 2008

Obsah

Předmluva.....	5
1. Definice.....	6
1.1 Termíny spojené s nejistotou měření.....	6
1.2 Termíny spojené s přesností zkoušení.....	7
2. Základy.....	8
2.1 Základní metrologické termíny a pojmy.....	8
2.3 Nová hlediska v „Pokynu pro vyjádření nejistoty měření“.....	12
2.3.1 Nová definice nejistoty měření.....	12
2.3.2 Způsob A a způsob B stanovení složek nejistoty.....	13
2.3.3 Stejně zpracování všech složek nejistoty.....	14
2.3.4 Rozšířená nejistota.....	14
2.4 Nejhorší možný odhad nejistoty měření.....	15
3 Analyticko-výpočetní stanovení nejistot měření.....	15
3.1 Přehled.....	15
3.2 Klasifikace nejistoty měření podle způsobu vyhodnocení.....	16
3.3 Obecná metoda pro stanovení nejistoty.....	17
3.4 Návod k používání bilancí nejistot.....	21
3.5 Nejhorší možný odhad.....	22
4 Odhad nejistot měření pomocí validace v laboratoři a z údajů o řízení kvality.....	23
4.1 Obecně.....	23
4.2 Postup z jediné položky.....	23
4.2.1 Zjišťování preciznosti.....	24
4.2.2 Zjišťování vychýlení.....	25
4.2.3 Zacházení se zjištěným vychýlením.....	25
4.3 Postup z N položek ($N \geq 2$).....	27
4.3.1 Interpolace.....	27
5 Odhad nejistot měření pomocí údajů z mezilaboratorního porovnání.....	29
5.1 Mezilaboratorní porovnání u validace metody.....	29
5.2 Mezilaboratorní porovnání u zkoušení způsobilosti.....	30
5.3 Mezilaboratorní porovnání u certifikace referenčních materiálů.....	31
6 Hybridní strategie pro vyhodnocení nejistot měření.....	32
7 Specifikace a dokumentace nejistoty měření.....	32
Odkazy.....	33
Příloha.....	35
A.1 Často se vyskytující zdroje nejistoty.....	35
A.2 Nejistota při lineární kalibraci.....	36
A.2.1 Obecně.....	36
A.2.2 Stanovení úseku a směrnice.....	37
A.2.3 Vyhodnocení nejistoty úseku a směrnice.....	38
A.3 Modelování procesních kroků pomocí účinnosti a přírůstků.....	40
A.4 Numerické metody pro šíření nejistoty.....	42
A.4.1 Výpočet konečných diferencí.....	42
A.4.2 Simulace Monte Carlo.....	43
A.4.3 Software.....	43
A.5 Nejistota průměrných hodnot.....	44
A.5.1 Obecně.....	44
A.5.2 Korelace v rámci série měření.....	45
A.6 Vyhodnocení kovariancí a korelačních koeficientů.....	46
A.6.1 Obecně.....	46
A.6.2 Šíření nejistoty.....	47
A.6.3 Paralelní měření.....	47
A.6.4 Korelační koeficienty.....	48

Předmluva

Po více než deseti letech od první presentace nejistoty měření v komunitě EUROLAB (kdy byl na sympoziu Eurolab ve Florencii 1994 představen GUM), je vyhodnocení nejistoty měření u výsledků zkoušek stále předmětem velkého zájmu – ne jeho princip, ale uplatnění v denní praxi.

Pokud jde o otázky principu, je *Pokyn pro vyjádření nejistoty měření*, známý jako GUM, uznáván za primární dokument o nejistotě měření při zkoušení. Termín „nejistota měření“ byl přijat pro používání u výsledků všech druhů kvantitativních zkoušek a zásady GUM se plně uznávají.

Při vlastním vyhodnocení nejistoty výsledků postupu (kvantitativní) zkoušky, je však GUM často kritizován, že je nepoužitelný. Tento dojem vděčí skutečnosti, že GUM téměř výhradně pojednává o jednom přístupu k vyhodnocení nejistoty: „modelovém přístupu“ založeném na komplexním matematickém modelu postupu měření, kde každý příspěvek k nejistotě se váže na určenou vstupní veličinu, příspěvky k nejistotě se vyhodnocují jednotlivě a slučují jako odmocnina součtu čtverců. Tento přístup se proto často (chybně) označuje za „přístup GUM“ pro vyhodnocení nejistoty. Ve skutečnosti připouští zásady GUM celou škálu přístupů, ale tato skutečnost byla překryta spoustou dokumentů a přednášek vyzdvihujících „modelový přístup“ jako nové paradigma pro zabezpečování kvality měření. Pouze nedávno získaly větší pozornost „empirické přístupy“. Ty jsou založeny na zjišťování celkové výkonnosti metody navrženém a prováděném tak, aby se zahrnuly vlivy tolika zdrojů nejistoty jak je to jen možné. Údaje používané v těchto přístupech jsou typicky přesnost (precision) a vychýlení (bias), získané z validačních studií prováděných v laboratoři, řízení kvality, mezilaboratorních validačních studií jednotlivých postupů nebo ze zkoušení způsobilosti. Tyto přístupy jsou plně v souladu s GUM za předpokladu, že se respektují jeho zásady.

Eurolab se důsledně zasazoval za používání empirických přístupů jako platné a často praktičtější alternativy k modelovému přístupu, a to vydáním technických zpráv o nejistotě měření při zkoušení. První z této série (č. 1/2002) je úvodní stať pro začátečníky. Ta se nyní doplňuje o komplexní technický pokyn pro zkušené uživatele. Poskytuje nástin jak modelového přístupu neboli přístupu „zdola nahoru“, který předpokládá úplný matematický model procesu měření, tak i empirických přístupů neboli přístupů „shora dolů“ založených na údajích o celkové výkonnosti metody. Další technická zpráva Eurolab, kterou vypracovává určená skupina expertů, se bude zabývat porovnáním a kombinací odhadů nejistot získaných těmi hlavními přístupy, které jsou v současnosti k dispozici. Tato zpráva bude zahrnovat soubor příkladů z různých oblastí zkoušení, kde se porovnávají výsledky získané použitím různých přístupů a diskutují závěry z těchto porovnávání.

Pokyn pro vyhodnocení nejistoty měření výsledků kvantitativních zkoušek

Tento dokument poskytuje technický návod na vyhodnocení nejistoty měření výsledků kvantitativních zkoušek. V plném souladu se zásadami *Pokynu pro vyjádření nejistoty měření* (GUM), zahrnuje tento dokument rovněž alternativní přístupy k postupu „zdola nahoru“, založenému na komplexním matematickém modelu procesu měření, na který klade důraz GUM. Jedná se o přístupy „shora dolů“ využívající údaje o celkové výkonnosti metody z mezilaboratorních porovnání (mezilaboratorní validace metod, zkoušení způsobilosti) a údaje z validace prováděné v laboratoři a z řízení kvality (preciznost, vychýlení). Doplněním jsou informace, které se týkají často se vyskytujících zdrojů nejistoty a problémů spojených s hodnocením údajů vznikajících při odhadu nejistoty, ty jsou uvedeny v přílohách.

1. Definice¹

V tomto pokynu se používají termíny „kvantitativní zkouška“ a „měření“ jako synonyma. Ze stejného důvodu a v souladu s příslušnými normami se budou přednostně používat termíny měření, měřená veličina, objekt měření, výsledek měření a nejistota měření. Aniž by se změnil základní význam, mohou být tyto termíny nahrazeny termíny zkouška, zkoušená veličina, zkoušený předmět, výsledek zkoušky a nejistota výsledku.

V celém tomto dokumentu se termín „postup měření“ používá k označení toho, co se často nazývá „metoda měření“: postup založený na specifikovaném způsobu měření vyvinutém a validovaném pro specifikované předměty měření a podmínky měření. Pouze dobře definovaný postup měření dovoluje přidruženou nejistotu měření uplatňovat pro měření prováděná v rámci specifikace.

1.1 Termíny spojené s nejistotou měření

Cílem měření (nebo jakéhokoliv jiného kvantitativního zjišťování) je stanovit odhad pravé hodnoty měřené veličiny. Tento odhad, tj. výsledek měření, může být jednotlivou měřenou hodnotou. Často se však výsledek měření získá z řady naměřených hodnot postupem statistického vyhodnocení, např. jako průměrná hodnota. U každého postupu měření se musí vyjádření výsledku měření a vyhodnocení údajů jednoznačně definovat.

Použití výsledků měření vyžaduje znalost přesnosti (accuracy), tzn., musí být znám rozsah možné odchylky výsledku měření od pravé hodnoty měřené veličiny. V metrologii se „nejistota měření“ používá jako kvantitativní míra přesnosti. Tento termín se rovněž používá pro nejistotu výsledků kvantitativních zkoušek.

Dále jsou uvedeny výtahy tří definic ze základních terminologických dokumentů, které zdůrazňují různá hlediska nejistoty, přičemž jejich význam je v podstatě stejný.

Nejistota (měření) (uncertainty (of measurement))

Parametr přidružený k výsledku měření, který charakterizuje rozptýlení hodnot, které by mohly být důvodně přisuzovány k měřené veličině.

(Zdroj: Mezinárodní slovník základních a všeobecných termínů v metrologii)

¹ Poznámka k použitým českým termínům viz str. 3

Nejistota (uncertainty)

Parametr vyplývající z měření, který slouží spolu s výsledkem měření k charakterizování rozsahu hodnot pro pravou hodnotu měřené veličiny.

(Zdroj: DIN 1319-1)

Nejistota výsledku (uncertainty of result)

Odhadnutá veličina určená k charakterizování rozsahu hodnot, který obsahuje referenční hodnotu, kde referenční hodnota může být podle definice nebo dohody buď pravou hodnotou, nebo očekávanou hodnotou.

(Zdroj: DIN 55350-13)

Následující termíny tvoří systém termínů „Pokynu pro vyjádření nejistoty měření“ (GUM). Tyto termíny a jejich symboly definované v GUM se budou používat v celém tomto dokumentu.

Standardní nejistota (standard uncertainty) (u)

Nejistota výsledku měření vyjádřená jako směrodatná odchylka.

Kombinovaná standardní nejistota (combined standard uncertainty) (u)

Standardní nejistota výsledku měření, který byl získán z hodnot odpovídajících několika dalším veličinám a je rovna kladné hodnotě druhé odmocniny součtu výrazů, jimiž jsou hodnoty rozptylů nebo kovariancí těchto dalších veličin s přiřazenou vahou tak, aby odrážely změny výsledku měření se změnami těchto veličin.

Poznámka: V GUM jsou kombinované standardní nejistoty označeny indexem u_c . Toto označení se zde nebude používat, neboť rozlišení mezi kombinovanou a nekombinovanou standardní nejistotou nemá při zkoušení praktický význam.

Rozšířená nejistota (expanded uncertainty) (U)

Veličina stanovující interval hodnot zahrnující výsledek měření, který může obsahovat velký podíl z rozdělení hodnot, které by mohly být důvodně přiřazeny měřené veličině.

Koeficient rozšíření (coverage factor) (k)

Číselný činitel určený k násobení (kombinované) standardní nejistoty s cílem získat rozšířenou nejistotu.

1.2 Termíny spojené s přesností zkoušení

Termíny v předchozí části jsou převážně novými termíny z oblasti metrologie na rozdíl od obecně přijatého systému termínů používaných v oblasti zkoušení a chemických analýz. Protože se tento systém termínů běžně používá, jsou základní termíny v této části sestaveny ze základní terminologické normy ISO 3534-1. O vzájemném vztahu mezi těmito dvěma systémy termínů bude pojednáno v oddílu 2.

Přesnost (accuracy)

Těsnost shody mezi výsledkem měření a přijatou referenční hodnotou.

Pravdivost (trueness)

Těsnost shody mezi střední hodnotou získanou z velké řady výsledků zkoušek a přijatou referenční hodnotou.

Preciznost (precision)

Těsnost shody mezi nezávislými výsledky zkoušek za předem specifikovaných podmínek.

2. Základy

2.1 Základní metrologické termíny a pojmy

Termíny uvedené tučným písmem jsou definovány v příslušných normách. Pokud není uvedeno jinak, vycházejí termíny z *Mezinárodního slovníku základních a všeobecných termínů v metrologii* (VIM), 2. vydání z 1994. V souladu s příslušnými normami se budou v této části výhradně používat termíny měření, měřená veličina, výsledek měření a nejistota měření. Aniž by se změnil základní význam, mohou být tyto termíny nahrazeny termíny zkouška, zkušební veličina, výsledek zkoušky a nejistota výsledku.

V nejjednodušším případě se měří pouze jedna **měřená veličina**, tzn., předmětem měření je pouze jedna blíže určená veličina. Například to může být tlak páry daného vzorku vody při 20 °C. Rozhodující je, aby byl úkol měření přesně definován specifikováním všech příslušných parametrů, např. času, teploty nebo tlaku. Jestliže se měřená veličina daného úkolu měření tímto způsobem přesně definuje, je k ní možno přiřadit jednoznačnou hodnotu, zvanou **pravá hodnota**. Ideální měření by mělo tuto pravou hodnotu poskytnout.

Protože se však vždy musí pracovat se skutečnými měřeními, existuje mezi výsledkem měření a pravou hodnotou (neznámý) rozdíl nazývaný **chyba**. Při opakovaných měření se obvykle spíše nepodaří získat pokaždé stejnou hodnotu, měření dávají více či méně navzájem těsné hodnoty. Mnohokrát opakovanými měřeními a grafickým zobrazením četnosti, s jakou se hodnota x objeví jako funkce x , by se získala křivka zvonového tvaru, která se může v mnoha případech přiblížit takzvanému normálnímu rozdělení (viz obrázek 2.1). Normální rozdělení je charakterizováno dvěma parametry: parametrem polohy μ , který označuje polohu maxima, a směrodatnou odchylkou σ , která vyjadřuje šířku křivky.

Vzhledem k tomuto rozptýlení naměřených hodnot se měření, pokud je to možné a je to odůvodněné, provádějí několikrát (n krát) a aritmetický průměr \bar{x} n jednotlivých hodnot x_i se vypočte pomocí rovnice (2.1).

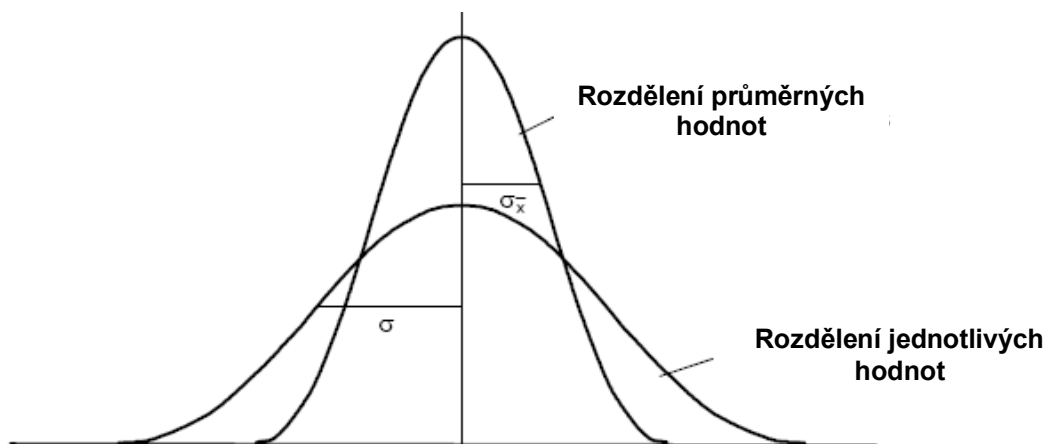
$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (2.1)$$

(\bar{x} : aritmetický průměr; x_i : i -tá naměřená hodnota; n : počet měření, $n > 1$)

Směrodatná (výběrová) odchylka s vypočtená z rovnice (2.2) je mírou rozptýlení jednotlivých hodnot, tj. šířky křivky na obrázku 2.1.

$$s = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (2.2)$$

(s : výběrová směrodatná odchylka; \bar{x} : aritmetický průměr; x_i : i -tá naměřená hodnota; n : počet měření, $n > 1$)



Obrázek 2.1 Rozdělení jednotlivých naměřených hodnot x s parametry μ a σ a průměrných hodnot \bar{x} z n měření, každá s parametry μ a $\sigma_{\bar{x}}$.

Jestliže se tyto série měření, každá obsahující n jednotlivých měření, mnohokrát opakují a vypočtou se průměrné hodnoty a graficky znázorní do diagramu jednotlivých hodnot, získá se jiné normální rozdělení se stejným parametrem polohy μ , ale menší šířkou (viz obrázek 2.1). Směrodatná odchylka $\sigma_{\bar{x}}$ tohoto rozdělení je dána vztahem:

$$\sigma_{\bar{x}} = \frac{\sigma}{\sqrt{n}} \quad (2.3)$$

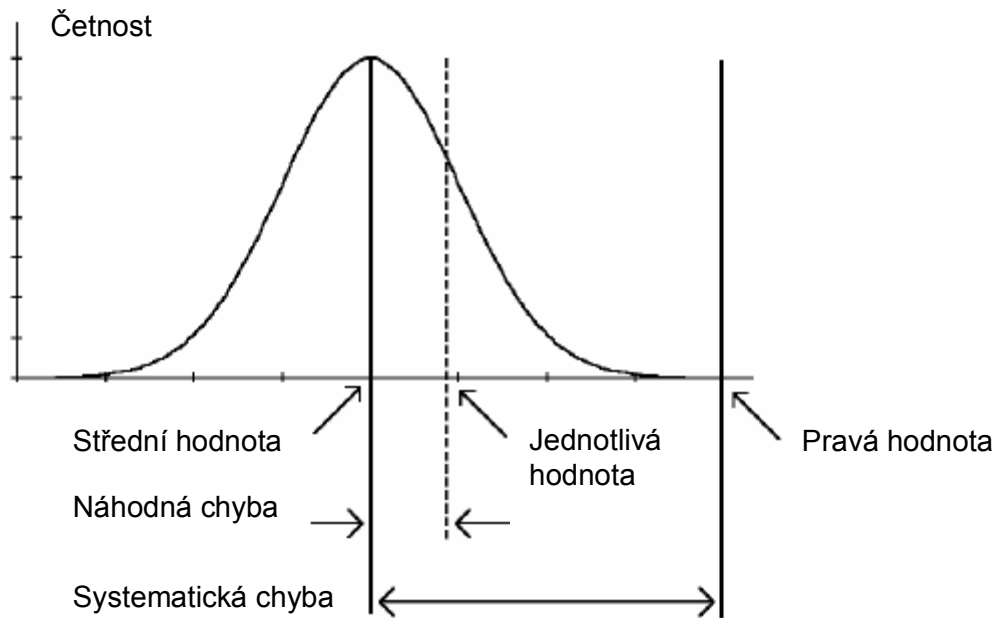
($\sigma_{\bar{x}}$: směrodatná odchylka průměrných hodnot; σ : směrodatná odchylka jednotlivých hodnot:

n : počet naměřených hodnot pro výpočet průměrných hodnot).

Rozptýlení naměřených hodnot získaných za zdánlivě stejných podmínek je výsledkem velkého množství neovladatelných vlivů z podmínek měření, jejichž účinek se při opakování měření mění. Odchytky naměřených hodnot od střední hodnoty μ , kolísající mezi kladnými a zápornými, jsou označovány jako **náhodné chyby**. Jestliže se projevují pouze náhodné chyby, μ se rovná pravé hodnotě měřené veličiny. Hodnota μ by se získala jako průměrná hodnota \bar{x} , jestliže by se měření mohlo opakovat bez omezení, protože směrodatná odchylka střední hodnoty by se pak blížila k nule.

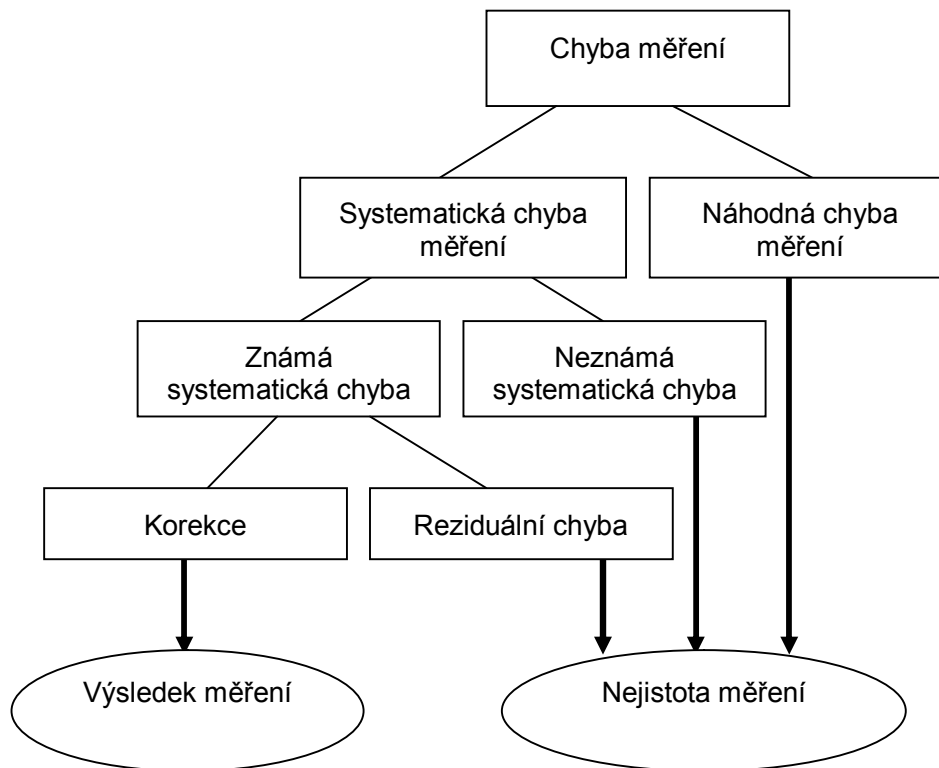
V praxi je však možný pouze omezený počet opakování měření, takže zůstává určité rozptýlení průměrných hodnot a tudíž určitá neznalost o měřené veličině, která se odhaduje **nejistotou měření**. Nejistota měření je definována podle DIN 1319-1 jako „parametr získaný měřeními, který slouží spolu s výsledkem měření k charakterizování rozsahu hodnot pro pravou hodnotu měřené veličiny“.

Kromě těchto náhodných chyb je obvykle třeba se rovněž zabývat takzvanými **systematickými chybami**. Ty mají za následek, že střed rozdělení se posouvá od pravé hodnoty i v případě nekonečného počtu opakování (viz obrázek 2.2). Možné příčiny náhodných a systematických chyb jsou uvedeny v příloze A. 1. Zjištěné systematické chyby mají být pokud možno odstraněny nebo minimalizovány použitím vhodných korekcí, přičemž se k nejistotě korekcí přihlídnou při bilanci nejistoty.



Obrázek 2.2 Naměřené hodnoty při současném výskytu náhodných a systematických chyb

Obrázek 2.3 znázorňuje, jak do výsledku měření a přidružené nejistoty vstupují různé druhy chyb měření

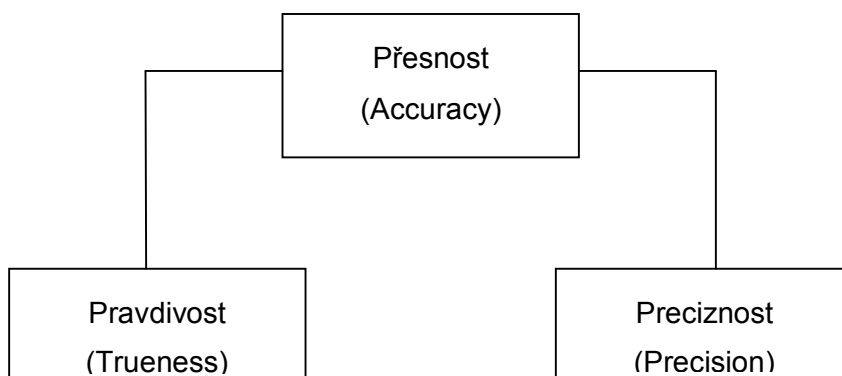


Obrázek 2.3 Druhy chyb měření a jejich zohlednění při stanovení výsledku měření a přidružené nejistoty (obrázek podle M. Herna, QZ 41 (1996), 1156)

2.2 Přesnost, pravdivost a preciznost; model terčů

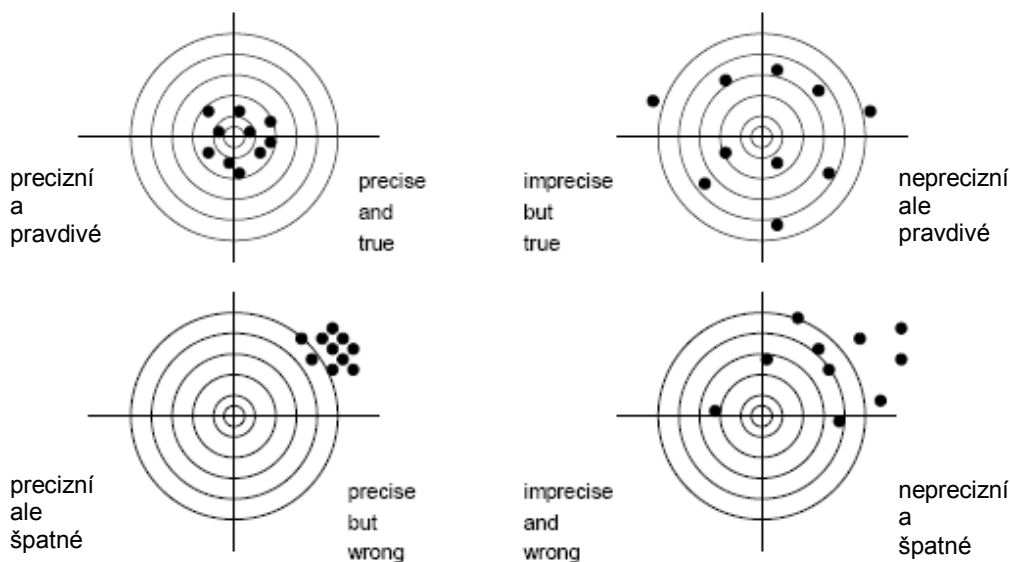
Termíny **přesnost**, **pravdivost** a **preciznost** z ISO 3534-1, definované v oddílu 1 tohoto pokynu, se mohou používat k charakterizování postupu měření ve vztahu k přidružené nejistotě.

Přesnost charakterizuje jako zastřešující termín těsnost shody mezi výsledkem měření a pravou hodnotou. Jestliže je ze série měření k dispozici několik výsledků měření pro stejnou měřenou veličinu, může být přesnost rozdělena na pravdivost a preciznost, kde pravdivost se týká těsnosti shody mezi střední hodnotou a pravou hodnotou, zatímco preciznost se týká těsnosti shody mezi jednotlivými hodnotami navzájem (viz obrázek 2.4).



Obrázek 2.4 Přesnost jako zastřešující termín pro pravdivost a preciznost

Různé možné kombinace, které vyplývají ze správných nebo špatných a precizních anebo neprecizních výsledků, mohou být nejlépe popsány pomocí modelu terčů (obrázek 2.5).



Obrázek 2.5 Model terčů pro znázornění pravdivosti a preciznosti. Střed terče představuje (neznámou) pravou hodnotu.

Odhady preciznosti jsou silně závislé na podmínkách, při nichž se preciznost zjišťuje. Proto se **opakovatelnost preciznosti, reprodukovatelnost preciznosti a mezilehlá preciznost** liší podle **podmínek opakovatelnosti, podmínek reprodukovatelnosti a mezilehlých podmínek**.

Podmínky opakovatelnosti zahrnují:

- stejný postup měření,
- stejnou laboratoř,
- stejnou obsluhu,
- stejné vybavení,
- opakování v krátkých časových intervalech.

Podmínky reprodukovatelnosti zahrnují:

- stejný postup měření,
- různé laboratoře,
- různou obsluhu,
- různé vybavení.

Podmínky opakovatelnosti a podmínky reprodukovatelnosti představují případy minimální a maximální variability podmínek u opakovaných měření. Podmínky mezi těmito extrémními případy se nazývají mezilehlé podmínky. Při použití mezilehlých podmínek se musí přesně specifikovat, jaké faktory se mění a jaké jsou konstantní. Pro charakterizaci vnitrolaboratorní preciznosti postupů měření se používají např. tyto podmínky:

- stejný postup měření,
- stejná laboratoř,
- různá obsluha,
- stejné vybavení (alternativně: různé vybavení),
- opakování v dlouhých časových intervalech.

Tento speciální případ mezilehlých podmínek se často nazývá „vnitrolaboratorní podmínky reprodukovatelnosti“.

Zatímco stanovování preciznosti postupu měření je docela jasné, je mnohem obtížnější vyšetřit pravdivost postupu měření, neboť pravá hodnota měřené veličiny je v podstatě neznámá. Jedním z přístupů je užít postup měření u vhodných referenčních objektů (etalonů, standardů, ztělesněných měř, referenčních materiálů). Nebo vhodné objekty měření podrobit referenčnímu postupu souběžně s daným postupem měření. Hodnota přisouzená referenčnímu objektu nebo výsledek získaný referenčním postupem se pak použijí jako referenční hodnota, tj. jako odhad neznámé pravé hodnoty, jejíž nejistota je známá a dostatečně malá pro daný účel. Pravdivost se pak vztahuje k této referenční hodnotě.

2.3 Nová hlediska v „Pokynu pro vyjádření nejistoty měření“

Pokyn pro vyjádření nejistoty měření (GUM) předkládá poněkud jiný náhled v porovnání s tradičním přístupem a uvádí jednotný a praktický postup jak stanovit nejistotu, který bude dále vysvětlen.

2.3.1 Nová definice nejistoty měření

Protože je pravá hodnota ideální veličina, která je v podstatě neznámá, byla pro termín **nejistota měření** vytvořena při vypracovávání GUM nová definice, která se již neodkazuje na pravou hodnotu.

Nejistota měření

Parametr, přidružený k výsledku měření, který charakterizuje rozptýlení hodnot, jež mohou být odůvodněně přisuzovány k měřené veličině.

Tato definice, podrobněji objasněná v GUM, v příloze D, byla již zahrnuta do 2. vydání *Mezinárodního slovníku základních a všeobecných termínů v metrologii* (VIM).

Rozsah hodnot pro měřenou veličinu typicky představuje hodnoty získané za podmínek opakovatelnosti (viz výše), ale může rovněž zahrnovat hodnoty získané za podmínek reprodukovatelnosti, např. jinou obsluhou, v jiné laboratoři nebo jiným postupem měření, které zahrnují vychýlení (bias) mezi obsluhami, laboratořemi a postupy měření. Rozdíly ve zpracování údajů (např. korekce zjištěných vychýlení, srov. obrázek 2.3) mohou kromě toho rovněž přispět k tomuto rozptýlení. Také měřená veličina nemusí být definována tak přesně, aby k ní mohla být přisouzena jediná pravá hodnota.

Pokud se neukáže, že různé hodnoty získané experimentálně nebo odvozené výpočtem nebo teoreticky jsou nesprávné, musí být všechny přiřazeny k měřené veličině. Nejistota je míra šířky rozsahu odvozeného z těchto údajů a spolu s příslušnou střední hodnotou jako výsledkem měření popisuje úroveň znalostí o měřené veličině. Vzhledem k našim omezeným znalostem je docela možné, že díky chybějícím složkám je taková nejistota podhodnocená.

Přes tento poněkud odlišný pohled neexistuje žádná základní neshoda mezi GUM a tradičními formulacemi nejistoty.

2.3.2. Způsob A a způsob B stanovení složek nejistoty

V GUM jsou složky nejistoty roztrženy podle jejich metod stanovení způsobem A a způsobem B:

Způsob A: Vyhodnocení pomocí statistické analýzy série měření

Způsob B: Vyhodnocení pomocí jiných prostředků než statistickou analýzou série měření

Tato klasifikace bude objasněna v oddílu 3.2. Má jistý vztah k rozlišování mezi složkami nejistoty vyplývajícími z náhodných vlivů a složkami nejistoty vyplývajícími ze systematických vlivů, ale existují mezi těmito klasifikacemi podstatné rozdíly.

Pokud jde o předloženou metodologii, GUM nerozlišuje mezi složkami nejistoty, které pocházejí ze systematických vlivů a složkami nejistoty, které jsou výsledkem náhodných vlivů. Předpokládá se však, že, pokud to bude možné, se zjištěné systematické chyby buď odstraní technickými prostředky, nebo opraví výpočtem. Při bilanci nejistot pak zůstává složka, která dokládá nejistotu vyplývající z jakéhokoliv takové činnosti.

GUM předkládá jednotné zpracování pro všechny složky nejistoty (viz oddíl 2.3.3). Důvodem je, že pro chybu mající vztah k dané složce nejistoty není jednoznačně definován systematický nebo náhodný charakter, ale závisí to na skutečném případě. A tak se chyba vycházející z náhodných vlivů stává systematickou chybou, jestliže se výsledek měření vnáší jako vstupní do dalšího měření.

Příklad: Koncentrace radioaktivního izotopu v referenčním standardu (etalonu) byla stanovena měřeními radioaktivity. Pro jednoduchost lze předpokládat, že se při tomto měření vyskytnou výhradně náhodné odchylky.

Jestliže se pak ve vzorku stanoví neznámý obsah dalšími měřeními na základě porovnání s tímto referenčním standardem (etalonem), ovlivňuje jeho chyba stejným způsobem všechny výsledky těchto měření, a tudíž způsobuje systematickou chybu.

Naopak se systematické chyby způsobené laboratoří při provádění specifických měření stávají náhodnými chybami, jestliže výsledky velkého počtu laboratoří, které vykazují různé

systematické chyby, shromažďují při mezilaboratorním porovnávání a jsou shrnuty do směrodatné odchylky reprodukovatelnosti u zkoumaného postupu měření.

2.3.3 Stejné zpracování všech složek nejistoty

Při výpočtu kombinované standardní nejistoty se zachází se všemi složkami nejistoty stejně. Úplné pojednání a odůvodnění tohoto postupu uvádí příloha E GUM.

Tradičním způsobem byly složky nejistoty vyplývající z náhodných vlivů a složky nejistoty vyplývající ze systematických vlivů (zkráceně: náhodné složky a systematické složky) nejčastěji zpracovány různým způsobem a to: náhodné složky byly sloučeny formou odmocniny součtu čtverců (podle rovnice (3.12) v oddílu 3.3), zatímco systematické složky byly sloučeny lineárně (rovnici (3.16) v oddílu 3.4). Tyto dva součty pak byly sloučeny lineárně. Záměrem bylo získat „konzervativní“ odhad nejistoty, tj. vyhnout se za všech okolností podhodnocené nejistotě. Pak byla eventuálně výsledkem nadměrná nejistota.

Příklad: Stanovení nejistoty měření poskytlo hodnoty 3 a 2 jako náhodné složky a 2 a 4 jako systematické složky (v libovolných jednotkách).

Podle GUM jsou všechny tyto složky sloučeny formou odmocniny součtu čtverců (srov. oddíl 3.3, rovnici (3.12)):

$$u = \sqrt{3^2 + 2^2 + 2^2 + 4^2} = \sqrt{9 + 4 + 4 + 16} = \sqrt{33} = 5,74$$

Jestliže se však systematické složky sloučí lineárně, dostane se

$$u' = \sqrt{3^2 + 2^2} + 2 + 4 = \sqrt{9 + 4} + 6 = 9,61$$

tj. poměrně značně vyšší hodnota pro nejistotu.

V rámci GUM se ochrana proti podhodnocení nejistoty dosahuje výběrem vhodného koeficientu rozšíření pro rozšířenou nejistotu (viz oddíl 3.3). Kromě toho jsou za určitých okolností odhady standardní nejistoty pro nejhorší možný případ přijatelné, např. při porovnání s mezí specifikace (viz poznámky v oddílu 2.4 a 3.5).

2.3.4 Rozšířená nejistota

Jednou z možností jak uvádět nejistotu měření podle GUM je rozšířená nejistota

$$U(y) = k \times u(y)$$

tj. součin standardní nejistoty $u(y)$ a příslušného koeficientu rozšíření k . Ten poskytne interval, takzvaný konfidenční interval

$$y - U(y) \leq Y \leq y + U(y)$$

(y : výsledek měření; Y : hodnota měřené veličiny; U : rozšířená nejistota),

u něhož lze očekávat, že zahrne pravou hodnotu Y měřené veličiny při definované pravděpodobnosti p (např. $p = 95\%$). Z hlediska GUM obsahuje tento interval poměrnou část p všech hodnot, které mohou být přisouzeny měřené veličině.

Výpočet konfidenčního intervalu předpokládá znalost rozdělení pravděpodobnosti měřených hodnot. Vzhledem k tomu, že tato podmínka je obvykle pouze nedostatečně splněna, navrhuje se v GUM z těchto důvodů výběr koeficientu rozšíření mezi 2 a 3. Doporučuje se standardní hodnota $k = 2$, která přibližně odpovídá konfidenční úrovni $p = 95\%$. V každém případě musí být koeficient k výslovně uveden tak, aby se standardní nejistota mohla získat zpětně.

Statisticky fundovanější postup pro stanovení koeficientu rozšíření lze nalézt v GUM, v příloze G.

Příklad: V protokolu o zkoušce se udává rozšířená nejistota $U = 11,48$ s koeficientem rozšíření $k = 2$. Z toho se standardní nejistota u získá jako:

$$u = \frac{U}{k} = \frac{11,48}{2} = 5,74$$

2.4 Nejhorší možný odhad nejistoty měření

Odhady nejistoty měření pro nejhorší možný případ mohou být předmětem zájmu, jestliže například míra nejistoty měření hraje pro další zjišťování pouze podřadnou úlohu nebo jestliže se má kontrolovat shoda s určitými mezními hodnotami nebo specifikacemi. V tomto případě na rozdíl od principu kvadratického sčítání jsou příspěvky k nejistotě výsledku sečteny lineárně a v případě potřeby mohou být maximální chyby rovněž použity místo standardních nejistot (viz oddíl 3.5, rovnici (3.16) a (3.17)), což vede ke zjednodušenému stanovení nejistoty měření.

3 Analyticko-výpočetní stanovení nejistot měření

3.1 Přehled

Analyticko-výpočetní stanovení nejistoty měření představuje obvykle složitý postup. Zahrnuje mnohé kroky, které se mají dodržet, a vyžaduje zvážení mnoha hledisek. Níže uvedený souhrn hlavních složek poskytuje přehled procesních kroků a souvisejících hledisek, které jsou pak popsány v dalších oddílech.

Nezbytný předpoklad: systematické vlivy – pokud jsou známé – jsou eliminovány nebo korigovány.

- Všechny důležité zdroje nejistoty se identifikují a zaznamenají.
- Odhadnou se příspěvky jednotlivých zdrojů nejistoty k nejistotě výsledku a roztrídí na významné a nevýznamné. Nevýznamné příspěvky k nejistotě se zanedbají.
- Vytříděné (významné) příspěvky nejistoty se kvantifikují jako standardní nejistoty (směrodatné odchylky). Následující metody jsou rovnocenné: statistické vyhodnocení série měření (způsob A vyhodnocení) a odhad založený na alternativním postupu (způsob B vyhodnocení).
- Příspěvky nejistoty se přezkoumají na korelace. V případě potřeby se korelace kvantifikují jako kovariance.
- Příspěvky nejistoty se sloučí pomocí kvadratického sčítání; v případě potřeby se zahrnou kovariance.
- Pro uvedení výsledku se kombinovaná standardní nejistota vynásobí vhodným koeficientem rozšíření (obvykle $k = 2$).
- Pokud se stanovuje odhad nejistoty pro nejhorší možný případ, sečtou se příspěvky k nejistotě lineárně: kovariance se vynechá.

Nejistota měření se obvykle nestanovuje individuálně pro jednotlivé výsledky měření, ale jako parametr pro daný postup měření. Ten se pak použije pro všechny objekty měření a všechny podmínky měření, které se vzaly v úvahu při stanovení nejistoty měření. Proto je nutno před použitím nejistoty v každém případě zkontrolovat, zda objekt měření a podmínky měření vyhovují specifikaci použité při stanovení nejistoty měření. Jestliže nejsou významné složky nejistoty aplikace vzaty v úvahu v „procesní nejistotě“, pak je často vhodné přijmout procesní nejistotu jako složku nejistoty měření a chybějící příspěvky k nejistotě dodat.

Při stanovování nejistoty měření se má uvažovat s poměrem nákladů a užítku. Je například lépe stanovit všechny významné příspěvky k nejistotě s přijatelnou přesností namísto stanovení jednotlivých příspěvků k nejistotě s extrémní přesností, zatímco jiné se odhadnou pouze přibližně nebo zcela opomenou.

3.2 Klasifikace nejistoty měření podle způsobu vyhodnocení

Podle GUM (viz oddíl 2.3) se všechny nejistoty vyjádří směrodatnými odchylkami nezávisle na tom, zda vycházejí z náhodných nebo systematických vlivů. Pro stanovení takové směrodatné odchylky existují v podstatě dva různé postupy. Konvenční postup (způsob A vyhodnocení) je založen na předpokladu pravděpodobnostního rozdělení náhodného kolísání výsledků měření. Odhady směrodatné odchylky tohoto rozdělení se získají opakovanými měřeními a statistickou analýzou naměřených hodnot (série měření). Alternativní postup (způsob B vyhodnocení) se převážně používá u odhadu nejistot, které jsou způsobeny systematickými vlivy. Používá důvodně předpokládaná rozdělení pravděpodobnosti, která odráží dostupné informace o příslušných veličinách, a směrodatnou odchylku těchto rozdělení. V GUM jsou definovány dvě třídy vyhodnocení nejistoty takto:

Způsob A: Vyhodnocení pomocí statistické analýzy série měření

Způsob B: Vyhodnocení pomocí jiných prostředků než statistickou analýzou série měření

Typickým příkladem **způsobu A vyhodnocení** je stanovení odhadu směrodatné odchylky σ předpokládaného normálního rozdělení. Jestliže x_1, x_2, \dots, x_n jsou výsledky opakovaných měření příslušné veličiny, pak výběrová směrodatná odchylka s série měření $\{x_1, x_2, \dots, x_n\}$ se může použít jako odhad směrodatné odchylky σ tohoto normálního rozdělení.

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (3.1)$$

kde:

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad (3.2)$$

Při absenci systematických chyb je vhodným odhadem hodnoty měřené veličiny (aritmetický) průměr \bar{x} série měření $\{x_1, x_2, \dots, x_n\}$. Standardní nejistota $u(\bar{x})$ tohoto výsledku je dána vztahem

$$u(\bar{x}) = \frac{s}{\sqrt{n}} \quad (3.3)$$

Lze-li předpokládat, že v příslušném rozsahu měření vykazuje postup měření absenci vychýlení a s konstantní statistický rozptyl, pak výběrová směrodatná odchylka série měření $\{x_1, x_2, \dots, x_n\}$ se může rovněž použít jako odhad standardní nejistoty výsledků dalších měření v rámci tohoto rozsahu měření. Zde je třeba zvážit, zda je výsledek jedinou naměřenou hodnotou, nebo průměrem několika na sobě nezávislých naměřených hodnot. U jediné hodnoty je standardní nejistota rovna s , zatímco u (aritmetického) průměru m hodnot se standardní nejistota rovná s/\sqrt{m} .

Poznámka: Koeficient $1/\sqrt{n}$ se u směrodatné odchylky průměru n jednotlivých hodnot použije pouze na jednotlivé hodnoty navzájem nezávislé. Vzrůst preciznosti je menší u jednotlivých hodnot, které jsou na sobě závislé (následkem korelovaných chyb), viz příloha A. 5.

Typickým případem **způsobu B vyhodnocení** je transformace maximální/minimální specifikace do standardní nejistoty. Předpokládejme, že u hodnoty (referenční hodnoty) přisouzené referenčnímu materiálu jsou známy pouze minimální hodnota x_{\min} a maximální hodnota x_{\max} . Jestliže jsou všechny hodnoty v tomto intervalu stejně pravděpodobnými kandidáty na pravou hodnotu, může se střední hodnota a směrodatná odchylka pravoúhlého rozdělení s hranicemi x_{\min} a x_{\max} použít pro referenční hodnotu x a její standardní odchylku $u(x)$.

$$x = \frac{(x_{\max} + x_{\min})}{2} \quad (3.4)$$

$$u(x) = \frac{(x_{\max} - x_{\min})}{\sqrt{12}} \quad (3.5)$$

Jestliže však existuje důvod domnívat se, že hodnoty ve středu intervalu jsou pravděpodobnější než hodnoty na hranicích, pak se může zvolit např. symetrické trojúhelníkové rozdělení s hranicemi x_{\min} a x_{\max} namísto rozdělení pravoúhlého (rovnoměrného rozdělení). To poskytuje

$$x = \frac{(x_{\max} + x_{\min})}{2} \quad (3.6)$$

$$u(x) = \frac{(x_{\max} - x_{\min})}{\sqrt{24}} \quad (3.7)$$

Tyto a jiné příklady způsobu B vyhodnocení jsou obsaženy v oddílech 4.3 a 4.4 GUM.

Poznámka: Až donedávna se k vyhodnocování nejistot většinou používaly výhradně postupy způsobu A. Protože tyto postupy nejsou všeobecně použitelné, často nebyly významné složky nejistot vzaty v úvahu správně nebo dokonce vůbec ne. Zavedení postupů způsobu B slouží k nápravě tohoto nedostatku a k snazšímu využití odborných znalostí pro odhad složek nejistoty.

Obecně se nejistota výsledku měření skládá z několika složek, z nichž část byla vyhodnocena postupem způsobu A, jiná část postupem způsobu B. Proto je klasifikace podle způsobu A nebo způsobu B použitelná obvykle pouze u jednotlivých složek nejistoty.

3.3 Obecná metoda pro stanovení nejistoty

Nejistota výsledku měření obvykle sestává z několika složek. Stanovení nejistoty měření je tudíž obvykle rovněž složitý postup, který obsahuje několik kroků.

Tato část popisuje řadu obecně použitelných kroků. Formulace, které jsou zde zvolené, se vztahují k postupům měření, ale mohou se snadno přenést na zkušební postupy anebo analytické postupy.

Často se vyskytující zdroje nejistoty a příslušné způsoby zpracování dat jsou popsány v příloze.

Krok 1: Specifikace měřené veličiny a postupu měření

V tomto kroku se specifikuje veličina, y , která se má měřit, a postup stanovení její hodnoty. Kromě skutečného měření obsahuje tento postup všechny přípravné kroky, např. odběr vzorků a přípravu vzorků, podmínky, které se musejí během přípravy a měření dodržet, i zpracování údajů.

Krok 2: Definice vstupních veličin, identifikace zdrojů nejistoty

V tomto kroku se definují vstupní veličiny x_i ($i = 1, 2 \dots, N$), na nichž závisí výsledek. Základem pro to je identifikace všech potenciálních zdrojů nejistoty výsledku (viz oddíl A. 1 přílohy). Vstupní veličiny se definují tak, aby zahrnuly vliv všech podstatných zdrojů nejistoty.

Vstupními veličinami mohou být:

- základní měřené veličiny cílové veličiny, např. hmotnost a objem, pokud se stanovuje hustota jako jejich podíl;
- parametry, tj. veličiny, které nejsou předmětem měření, ale ovlivňují výsledek; např. tlak a teplota vzorku při měření objemu;
- referenční veličiny, tj. veličiny použité pro kalibraci nebo korekci systematických chyb, např. hodnoty vyjádřené etalony nebo referenčními materiály;
- charakteristiky pro vstupní/výstupní průběh jednotlivých kroků celkového postupu měření, např. efektivnosti postupů přípravy vzorků, korekční koeficienty pro zjištěná vychýlení, parametry kalibrační křivky atd.;
- jiné veličiny použité během vyhodnocování, pro něž jsou údaje převzaty z literatury, např. přírodní konstanty nebo materiálové charakteristiky.

Nejistoty vstupních veličin jsou zdroji nejistoty výsledků měření. Vliv každého zdroje nejistoty se může naopak popsat pomocí vhodných vstupních veličin (např. účinností nebo korekčním koeficientem). Takový popis se předpokládá v následujícím. Pro tento účel se musí vstupní veličiny definovat tak, aby zahrnovaly vlivy všech zdrojů nejistoty. Rovněž se doporučuje užití vývojových diagramů.. O použití účinností, korekčních koeficientů a podobně jako vstupních veličin pro modelování procesních kroků pojednává oddíl A. 3 přílohy.

Shrnuto, úkolem v rámci tohoto kroku je vypracovat matematický model postupu celého měření $y = F(x_1, x_2, \dots, x_N)$, tj. rovnici nebo algoritmus, které popisují výsledek měření jako funkci všech relevantních vstupních veličin.

Krok 3: Stanovení významných zdrojů nejistoty

V tomto kroku se posoudí, zda přínos identifikovaných zdrojů nejistoty k nejistotě výsledku je významný. Pro to se vypočte přibližně příspěvek vstupní veličiny k nejistotě jako součin hrubého odhadu standardní nejistoty přidružené k této veličině (např. s přihlédnutím k variabilitě, kterou lze za daných podmínek očekávat) a citlivosti, s níž výsledek na vstupní veličině závisí.

Jestliže se dva příspěvky liší v poměru 1/5, pak je možno menší příspěvek ve srovnání s větším příspěvkem zanedbat.

Poznámka: U kvadratického sčítání přispívá standardní nejistota, která je menší v poměru $1/p$, přibližně $1/(2p^2)$ částí větší standardní nejistoty ke kombinované nejistotě výsledku. U $p = 5$ představuje tato část přibližně 2 %. Malé příspěvky k nejistotě však nemohou být zanedbány, jestliže se objeví ve větším počtu, nebo jestliže existují korelace, které vyžadují lineární sčítání příspěvků k nejistotě namísto kvadratického sčítání.

Krok 4: Kvantifikování významných zdrojů nejistoty

V tomto kroku se kvantifikují příspěvky významných zdrojů nejistoty prostřednictvím přidružených vstupních veličin x_i ($i = 1, 2, \dots, N$). Pro každou z nich se stanoví standardní nejistota $u(x_i)$ (v závislosti na dostupných experimentálních údajích), a to buď jako směrodatná odchylka hodnot série měření (způsob A vyhodnocení), nebo jako směrodatná odchylka důvodně předpokládaného rozdělení pravděpodobnosti (způsob B vyhodnocení), např. pravouhlého rozdělení mezi experimentálně stanovenými extrémními hodnotami.

Poznámka: Způsob A vyhodnocení má zdánlivou výhodu větší objektivity. Výběrové směrodatné odchylky velmi krátké série měření, které jsou v praxi zcela obvyklé, však poskytují tak nepřesné odhady standardních nejistot, že odhad založený na odborných zkušenostech (způsob B vyhodnocení) může mít přednost. Například pro výběrovou směrodatnou odchylku z pěti hodnot obnáší relativní směrodatná odchylka přibližně 36 % a u deseti hodnot je to ještě 24 %. Toto platí pro hodnoty odvozené pro normálního rozdělení; při odchylkách od normálního rozdělení mohou „nejistoty odhadů nejistot“ být dokonce horší.

Kromě toho se u vstupních veličin x_i stanoví koeficienty citlivosti c_i . Tyto koeficienty vyjadřují, jak se výsledek $y = F(x_1, x_2, \dots, x_N)$ mění s kolísáním x_i . Jsou dány derivacemi

$$c_i = \frac{\partial F}{\partial x_i} \quad (3.8)$$

V případě modelu výsledku y z jednoduchých funkcí (součty, součiny atd.) mohou se derivace získat diferenciálním výpočtem. Jestliže jsou funkce modelu složitější, mohou se místo derivací použít číselně vypočtené diferenční podíly (viz příloha A.4). Jestliže nemůže být vliv vstupní veličiny x_i popsán modelem, použijí se místo toho experimentálně stanovené diferenční podíly

$$c_i = \frac{\Delta y}{\Delta x_i} \quad (3.9)$$

Příspěvek nejistoty vstupní veličiny x_i ke kombinované standardní nejistotě výsledku y se získá jako součin $u_i = c_i \times u(x_i)$ tedy standardní nejistoty $u(x_i)$ a koeficientu citlivosti c_i .

Krok 5: Uvažování korelací

Tímto krokem se nejprve prověří, zda existují korelace mezi příspěvky k nejistotě. Tyto korelace vznikají, pokud jsou chyby dvou vstupních veličin x_i a x_k závislé jedna na druhé a projevují se buď souhlasně, nebo opačně. Korelace se mohou očekávat, jestliže příslušné vstupní veličiny závisí navzájem nebo obě na třetí veličině. To se může týkat veličin samotných nebo postupů stanovování jejich hodnot.

Příklad: Korelace existuje, jestliže se použije stejný standard (etalon) pro kalibraci dvou různých měření nebo jestliže se dva odměrné roztoky připraví rozředěním ze stejného výchozího roztoku. Chyba standardu pak ve stejném směru ovlivní výsledky obou měření. Rovněž tak chyba ve složení výchozího odměrného roztoku podobně ovlivní koncentraci obou odměrných roztoků.

V podstatě se korelacím máme v co největší možné míře vyhnout. To znamená, že se mají používat především nezávislé vstupní veličiny a nezávislé postupy pro stanovení jejich hodnot. Jestliže to není možné, musejí se korelace kvantifikovat vhodnými kovariancemi a vzít v úvahu při výpočtu kombinované standardní nejistoty výsledku.

Korelace přispívají ke kombinované standardní nejistotě výsledku y jako součiny $u_{ik} = c_i \times c_k \times u(x_i, x_k)$ kovariance $u(x_i, x_k)$ a příslušných koeficientů citlivosti c_i a c_k .

O stanovení kovariancí krátce pojednává oddíl A. 6 přílohy a podrobněji GUM a DIN 1319-4. Následující případ má snadné řešení a postačuje k mnoha účelům: Dvě vstupní veličiny x_i a x_k závisí na stejné veličině z . Kovariance x_i a x_k je pak $u(x_i, x_k) = (\partial x_i / \partial z)(\partial x_k / \partial z)u(z)^2$. Zde $u(z)$ je standardní nejistota z , zatímco $(\partial x_i / \partial z)$ a $(\partial x_k / \partial z)$ jsou koeficienty citlivosti pro závislosti veličin x_i a x_k na z . Jestliže obě vstupní veličiny závisí na několika společných veličinách, pak kovariance je součtem příslušných součinů.

Krok 6: Výpočet kombinované standardní nejistoty

V tomto kroku se slučují příspěvky stanovené v předchozích krocích do standardní nejistoty výsledku. V nejobecnější verzi, tj. pokud se uvažují korelace mezi všemi vstupními veličinami, se provádí sloučení podle vztahu:

$$u(y)^2 = \sum_{i=1}^N u_i^2 + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{k=i+1}^N u_{ik} \quad (3.10)$$

Detailněji tato rovnice zní

$$u(y)^2 = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial F}{\partial x_i} \right)^2 u(x_i)^2 + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{k=i+1}^N \left(\frac{\partial F}{\partial x_i} \right) \left(\frac{\partial F}{\partial x_k} \right) \cdot u(x_i, x_k) \quad (3.11)$$

Ve většině aplikací žádné korelace mezi vstupními veličinami nejsou nebo příspěvek korelací lze zanedbat. Pak se rovnice (3.11) zredukuje na

$$u(y)^2 = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial F}{\partial x_i} \right)^2 u(x_i)^2 \quad (3.12)$$

Standardní nejistota výsledku $u(y)$ se získá jako kladná odmocnina součtu čtverců vypočtená z rovnice (3.11) nebo (3.12).

Poznámka: Rovnice (3.12) je obvyklým tvarem Gaussova „zákonu šíření chyb“ u nekorelovaných chyb. Rovnice (3.11) je jeho zobecněním zahrnujícím korelace. Obě rovnice jsou založeny na rozvoji výsledku v mocninnou řadu odchylek vstupních veličin od jejich stanovených hodnot, který je zkrácen až na lineární výraz. Jestliže se projevují nelinearity, může být tato přibližná hodnota nedostatečná. V tomto případě se musí zahrnout buď další po sobě jdoucí členy řady (vyšší mocniny odchylek), nebo se musí použít jiné metody vyhodnocení (číselná simulace atd., viz příloha A. 4.2).

Jestliže je možno vztah mezi výsledkem y a vstupními veličinami x_i vyjádřit jednoduchými vzorci, mohou se koeficienty citlivosti stanovit diferenciálním výpočtem.

Příklad: U součtů $y = ax_1 + bx_2$ a rozdílů $y = ax_1 - bx_2$

$$u(y)^2 = a^2 u(x_1)^2 + b^2 u(x_2)^2$$

U součinů $y = cx_1 x_2$ a podílů $y = cx_1 / x_2$

$$\left(\frac{u(y)}{y} \right)^2 = \left(\frac{u(x_1)}{x_1} \right)^2 + \left(\frac{u(x_2)}{x_2} \right)^2$$

Ve všech ostatních případech je vhodnější aproximovat koeficienty citlivosti metodou konečných diferencí. Oba tyto výpočty a sloučení pomocí kvadratického sčítání se mohou vhodněji provést použitím tabulkového editoru, viz oddíl A. 4.1.

Kovariance $u(x_i, x_k)$ v rovnici (3.11) jsou těsně spjaty se standardními nejistotami příslušných vstupních veličin takto:

$$u(x_i, x_k) = r(x_i, x_k) \cdot u(x_i) \cdot u(x_k) \quad (3.13)$$

Zde $r(x_i, x_k)$ je takzvaný korelační koeficient; jeho hodnota je mezi -1 a 1. Hodnota 1 vyjadřuje, že vstupní veličiny kolísají souhlasně, zatímco -1 vyjadřuje, že kolísají antagonisticky, hodnota 0 vyjadřuje absenci korelace. Jestliže vykazují všechny vstupní veličiny úplnou korelaci ($r = 1$), kombinovaná standardní nejistota je lineárním součtem příspěvků k nejistotě $u(y) = \sum u_i$. V případě zcela nekorelovaných vstupních veličin jsou příspěvky k nejistotě sečteny kvadraticky jako $u(y)^2 = \sum u_i^2$. Výsledkem kvadratického sčítání jsou obvykle menší hodnoty u kombinované standardní nejistoty $u(y)$ než výsledkem lineárního sčítání. Proto se může lineární sčítání použít u nejhorsího možného odhadu kombinovaných standardních nejistot, bez ověřování na korelace. Lineární sčítání není vhodným postupem pro stanovení nejistot, které se mají použít jako vstupní údaje pro stanovení nejistoty jiných veličin, protože obvykle kombinovanou standardní nejistotu nadhodnocuje.

Krok 7: Definování koeficientů rozšíření

Nejistotu výsledku lze uvádět alternativně buď jako standardní nejistotu $u(y)$, nebo jako rozšířenou nejistotu $U(y) = k \times u(y)$, tj. jako součin standardní nejistoty a vhodně zvoleného koeficientu rozšíření.

Rozšířená nejistota se volí s cílem definovat rozsah, u kterého se očekává, že bude s vysokou pravděpodobností obsahovat pravou hodnotu výsledku.

Pokud nejsou závažné důvody pro jinou volbu, má se zvolit pro k hodnota mezi 2 a 3; jako standardní se doporučuje hodnota $k = 2$. Jestliže jsou k dispozici dostatečné znalosti o rozdělení pravděpodobnosti výsledku, pak se může k vypočítat jako „konfidenční koeficient“ na dané konfidenční úrovni. Pro tento účel se doporučuje konfidenční úroveň 0,95 (95 %).

Pro takový výpočet je zapotřebí znát počet efektivních stupňů volnosti. Mohou se vypočítat ze standardních nejistot a stupňů volnosti rozdělení hodnot vstupních veličin, viz GUM, oddíl G.4.

3.4 Návod k používání bilancí nejistot

Analyticko-výpočetní stanovení nejistoty měření založené na podrobné bilanci nejistot je vhodné zejména pro postupy měření s širokým rozsahem aplikací, tj. se značnou růzností objektů měření a podmínek měření. Pak se vyplatí snaha sestavit podrobnou bilanci nejistot, v níž se vypočítává nejistota měření jako funkce závažných ovlivňujících veličin – zejména vlastností objektů měření a podmínek měření.

Pro postupy měření s omezeným rozsahem aplikací – objekty měření s malým rozsahem variací, standardizované podmínky měření – jsou dobrou alternativou postupy popsané v oddílech 4 a 5 pro odhad nejistoty měření z údajů validace prováděné v laboratoři a údajů z mezilaboratorního porovnání.

Bilance nejistot jsou cennými diagnostickými nástroji při vývoji a optimalizaci postupů měření. K tomuto účelu je obzvláště vhodný tvar rovnice (3.10) (pro zjednodušení bez korelací):

$$1 = \sum_{i=1}^N \frac{u_i^2}{u(y)^2} \quad (3.14)$$

Členy rozptylu $u_i^2/u(y)^2$ vyjadřují, které ovlivňující veličiny přispívají ke kombinované nejistotě výsledku měření významně a které ovlivňující veličiny přispívají pouze okrajově. Vyplatí se tedy pouze námaha vynaložená na zvýšení přesnosti u veličin s významným vlivem, zatímco u veličin s okrajovým vlivem by to byla námaha zbytečná.

Jiný užitečný tvar základní rovnice pro šíření nejistoty (pro zjednodušení bez korelací) je následující:

$$\left(\frac{u(y)}{y}\right)^2 = \sum_{i=1}^N d_i^2 \left(\frac{u(x_i)}{x_i}\right)^2 \quad \text{kde} \quad d_i = \frac{c_i \cdot x_i}{y} \quad (3.15)$$

Koeficienty d_i vyjadřují, jak silně ovlivňuje relativní nejistota ovlivňující veličiny relativní nejistotu výsledku.

3.5 Nejhorší možný odhad

Cílem postupu popsaného v oddílu 3.3 je stanovit nejistotu měření s přiměřenou přesností. Předmětem zájmu však může v jednotlivých případech být nejhorší možný odhad (tj. na horní hranici) namísto přesné hodnoty nejistoty měření, např. jestliže význam nejistoty měření hraje pouze podřadnou úlohu při dalším použití výsledku nebo jestliže se má zajistit shoda s danými specifikacemi nebo mezními hodnotami.

Postup nejhoršího možného odhadu nejistoty měření popsaný v oddílu 3.3 může být zjednodušen takto:

- Příspěvky vstupních veličin k nejistotě $u_i = c_i \times u(x_i)$ se lineárně sečtou; korelační příspěvky $u_{ik} = c_i \times c_k \times u(x_i, x_k)$ se opomenou.
- V příspěvcích vstupních veličin k nejistotě $u_i = c_i \times u(x_i)$ se mohou místo standardních nejistot $u(x_i)$ použít maximální hodnoty eventuálních chyb $|\Delta x_i|$.

Těmito zjednodušeními se získají následující dvě rovnice, které se mohou alternativně použít pro výpočet nejhorších možných odhadů nejistoty měření.

$$|\Delta y|_{\max} = \sum_{i=1}^N \left| \frac{\partial F}{\partial x_i} \right| \cdot u(x_i) \quad (3.16)$$

$$|\Delta y|_{\max} = \sum_{i=1}^N \left| \frac{\partial F}{\partial x_i} \right| \cdot |\Delta x_i|_{\max} \quad (3.17)$$

4. Odhad nejistot měření pomocí validace v laboratoři a z údajů o řízení kvality

4.1 Obecně

Přímá metoda stanovení nejistoty měření spočívá v použití postupu měření na příslušné referenční objekty (etalony, standardy, ztělesněné míry, referenční materiály) a porovnání výsledků získaných za podmínek vnitrolaboratorní reprodukovatelnosti (viz oddíl 2.2) se známými referenčními hodnotami. Varianta, která do značné míry dodržuje stejnou zásadu, spočívá v použití postupu měření souběžně s referenčním postupem na vhodných objektech měření a porovnání výsledků vyhodnocovaného postupu s výsledky referenčního postupu. V obou variantách se nejistota měření stanoví podle základní zásady $\text{přesnost} = \text{pravdivost} + \text{preciznost}$ z charakteristických hodnot pravdivosti (odhady vychýlení) a charakteristických hodnot preciznosti (odhady náhodné variability).

Postup popsany níže sestává z těchto kroků:

- zjišťování preciznosti;
- zjišťování pravdivosti (vychýlení);
- korekce vychýlení (jestliže je významné);
- stanovení nejistoty měření (včetně korekčních členů).

V oddílu 4.2 je popsán nejjednodušší případ používající jeden samostatný referenční objekt. Jestliže je z technických důvodů zapotřebí více než jeden referenční objekt, např. pro stanovení nejistoty pro široký rozsah měření, pak zde popsany postup by se měl přiměřeně rozšířit. Postupy vhodné pro tento účel jsou popsány v oddílu 4.3.

Zjišťování preciznosti a vychýlení postupu měření se provádí pravidelně (a navíc pokud je to potřeba). Je důležité zajistit, aby údaje ze současného šetření byly srovnatelné s údaji z předchozích zjišťování:

- Jestliže jsou údaje navzájem slučitelné, mohou se sloučit s cílem zlepšit statistický základ příslušných odhadnutých hodnot (průměrné odchylky, míry průměrné výtěžnosti a jejich směrodatné odchylky).
- Jinak se může porovnání údajů použít jako diagnostický nástroj k řešení zjištěných nesrovnalostí.

Proto se má měření referenčních objektů vždy provádět a vyhodnocovat stejným způsobem – bez korekcí stanovených předem.

4.2 Postup z jediné položky

Následně popsany postup lze použít pouze tehdy, jestliže lze oprávněně předpokládat, že výsledek získany na daném referenčním objektu je možno považovat za reprezentativní položku pro celý rozsah měření (jinými slovy pro všechny objekty měření a/nebo měřicí úkoly).

Jinak se buď musí rozsah měření příslušně omezit, nebo se použije postup opírající se o více položek popsany v oddílu 4.3.

Referenční objekt se bude měřit opakovaně (alespoň $n = 6$ krát) za takových podmínek vnitrolaboratorní reprodukovatelnosti laboratoře (viz oddíl 2.2), které odpovídají podmínkám běžného provozu. Pro taková měření, se v dalším používají tyto veličiny:

x_{ref}	referenční hodnota měřené veličiny;
$u(x_{ref})$	standardní nejistota referenční hodnoty;
x_{meas}	naměřená hodnota získaná zkoumaným postupem měření;
\bar{x}_{meas}	průměrná hodnota z n naměřených hodnot x_{meas} ;
s_{meas}	směrodatná odchylka n naměřených hodnot x_{meas} ;
Δ	střední odchylka ($\Delta = \bar{x}_{meas} - x_{ref}$) od referenční hodnoty;
Q	míra průměrné výtěžnosti ($Q = \bar{x}_{meas} / x_{ref}$) referenční hodnoty.

V prvním kroku je nutno zjistit, zda směrodatná odchylka série měření je slučitelná s dříve stanovenými a sledovanými směrodatnými odchylkami postupu měření (oddíl 4.2.1). Následně se průměrná hodnota výsledků měření porovná s referenční hodnotou s cílem zjistit eventuální vychýlení. Zjištěné vychýlení se posoudí jako „nepřijatelné“, „významné, ale přijatelné“ nebo „nevýznamné“ (oddíl 4.2.2). Podle výsledků posouzení se určí další vhodný postup (oddíl 4.2.3):

Výsledek	Nepřijatelný	Významný ale přijatelný	Nevýznamný
Opatření	Přezkoušejte a změňte postup měření, aby se odstranilo/ snížilo vychýlení	Použijte korekci vychýlení nebo zaveďte dodatečný příspěvek k nejistotě zohledňující nekorigované vychýlení	Zaveďte dodatečný příspěvek k nejistotě zohledňující nekorigované vychýlení

Tabulka 3.1 Výsledky a opatření, pokud jde o vychýlení

Výsledkem zkoumání je odhad nejistoty postupu měření (včetně korekcí, je-li to vhodné) (oddíl 4.2.3).

4.2.1 Zjišťování preciznosti

Předběžné zjišťování preciznosti postupu měření se provádí za podmínek vnitrolaboratorní reprodukovatelnosti (viz oddíl 2.2), které mají odpovídat podmínkám běžného provozu. To se může provést užitím směrodatné odchylky získané z pravidelných měření na vhodném objektu měření (regulační diagram preciznosti) nebo vhodně sdružené směrodatné odchylky, pokud je zahrnuto několik objektů měření nebo několik měřicích přístrojů. Tato preciznost se pak nazývá „procesní preciznost“. U sdružené směrodatné odchylky se použije označení „procesní směrodatná odchylka“ se symbolem s_v .

Poznámka: Sloučení (sdružení) dvou směrodatných odchylek se provede takto:

$$s^2 = \frac{(n_1 - 1)s_1^2 + (n_2 - 1)s_2^2}{n_1 + n_2 - 2}$$

Zde jsou n_1 a n_2 počty naměřených hodnot, z nichž byly vypočteny s_1 a s_2 .

Směrodatná odchylka s_{meas} série měření na referenčním objektu by měla souhlasit se směrodatnou odchylkou s_v postupu nebo alespoň s_{meas} nemá být významně větší než s_v . V případě pochybností to lze prověřit pomocí F-testu.

Poznámka: F-testem se prověří, zda se dvě směrodatné odchylky významně liší. Za tím účelem se druhá mocnina podílu větší a menší ze dvou směrodatných odchylek

$(s_x / s_y)^2$ porovná s tabulkovou hodnotou rozdělení F pro příslušné stupně volnosti a požadovanou úroveň významnosti. F-test je popsán v téměř každé učebnici o vyhodnocování statistických údajů, viz např. A. Bosket, G. Liebermann, *Engineering Statistics*, 2. vydání, Prentice Hall Inc. (1972).

4.2.2 Zjišťování vychýlení

Jestliže je přesnost u referenčního objektu slučitelná s dříve definovanou procesní přesností, přistoupí se k přezkoumání a posouzení odchylky naměřených hodnot získaných u referenčního objektu. V zásadě lze tak učinit u každé jednotlivé naměřené hodnoty. Nicméně pro jednoduchost se zaměříme na posuzování průměrné odchylky, tj. odchylky průměrné hodnoty. Nejprve se prověří, zda odchylka průměrné hodnoty je přijatelná, či nikoliv.

Nepřijatelná odchylka vyjadřuje vážné nedostatky postupu měření, které vyžadují podrobné vyšetření všech kroků procesu a přístrojů, pokud jde o zdroje chyb, a příslušná nápravná opatření k odstranění nebo alespoň ke zmenšení pozorovaného vychýlení.

Přijatelná odchylka odpovídá očekávané pravdivosti postupu a nevyžaduje žádné přezkoumání měřicího postupu.

Jestliže je odchylka průměrné hodnoty přijatelná, podrobí se testu statistické významnosti.

Odchylka se považuje za významnou, a ukazuje na významné vychýlení, pokud velikost (absolutní hodnota) odchylky průměrné hodnoty \bar{x}_{meas} od referenční hodnoty x_{ref} je větší než dvojnásobek standardní nejistoty této odchylky,

$$\left| \bar{x}_{\text{meas}} - x_{\text{ref}} \right| > 2 \sqrt{\frac{s_{\text{meas}}^2}{n} + u(x_{\text{ref}})^2} \quad (4.1)$$

V jiném případě je odchylka nevýznamná.

Poznámka: Místo prověření, zda se průměrná odchylka Δ významně liší od nuly, se může zkoumat, zda se míra průměrné výtěžnosti Q významně liší od jednotky. Tyto dvě zkoušky jsou v zásadě ekvivalentní.

4.2.3 Zacházení se zjištěným vychýlením

V závislosti na údajích mohou být významné odchylky buď korigovány, nebo začleněny do nejistoty. Nevýznamné vychýlení se nekoriguje, ale zahrnuje do nejistoty.

Korekce vychýlení

V případě významného vychýlení je korekce stanovena pomocí jediné položky odůvodnitelná pouze, jestliže lze oprávněně předpokládat, že (absolutní nebo relativní) vychýlení bude konstantní v celém rozsahu měření.

Jestliže lze očekávat konstantní absolutní odchylku, odečte se pozorovaná průměrná odchylka $\Delta = \bar{x}_{\text{meas}} - x_{\text{ref}}$ od výsledku měření.

$$x_{\text{corr}} = y_{\text{meas}} - \Delta \quad (4.2)$$

Zde je y_{meas} výsledek měření zkušebního objektu a x_{corr} je korigovaný výsledek měření.

Jestliže lze očekávat relativní odchylku, provede se korekce pomocí střední výtěžnosti

$Q = \bar{x}_{\text{meas}} / x_{\text{ref}}$ takto:

$$y_{\text{corr}} = \frac{y_{\text{meas}}}{Q} \quad (4.3)$$

Korekci lze provést buď justováním měřicího přístroje (seřizením nuly a/nebo citlivosti) nebo v rámci výpočtu.

Standardní nejistota korigovaného výsledku měření se vypočte podle pravidel šíření nejistoty (viz oddíl 3.3). U korekce podle rovnice (4.2) to je

$$u(y_{\text{corr}})^2 = s(y_{\text{meas}})^2 + u(\Delta)^2 = s_v^2 + \frac{S_{\text{meas}}^2}{n} + u(x_{\text{ref}})^2 \quad (4.4)$$

Zde se procesní směrodatná odchylka s_v použije pro směrodatnou odchylku nekorigovaného výsledku měření. Pro zjednodušení se rovněž může S_{meas} nahradit odchylkou s_v .

Pro korekci podle rovnice (4.3) se pro relativní standardní nejistotu $u_{\text{rel}}(y) = u(y)/|y|$ použije odpovídající rovnice.

$$u_{\text{rel}}(y_{\text{corr}})^2 = s_{\text{rel}}(y_{\text{meas}})^2 + u_{\text{rel}}(Q)^2 = s_{\text{rel}_v}^2 + \frac{S_{\text{rel}_v}^2}{n} + u_{\text{rel}}(x_{\text{ref}})^2 \quad (4.5)$$

V tomto případě je s_{rel_v} relativní procesní směrodatná odchylka a

$s_{\text{rel}_v} = s_{\text{meas}}/\bar{x}_{\text{meas}}$ relativní směrodatná odchylka výsledků měření referenčního objektu.

Rovněž se zde pro zjednodušení může s_{rel_v} nahradit odchylkou s_{rel_v} .

Jestliže výsledek měření y_{meas} je průměrnou hodnotou m jednotlivých naměřených hodnot, pak je třeba v rovnici (4.4) nahradit s_v^2 podílem s_v^2/m . Totéž platí pro rovnici (4.5).

Zohlednění vychýlení v bilanci nejistot

Jestliže se jeví přímé přenesení (absolutního nebo relativního) vychýlení stanoveného pro referenční objekt na zkoušený objekt jako problematické, má se od korekce spíše upustit. Namísto toho se má do bilance nejistot zahrnout (průměrná) odchylka stanovená při použití referenčního objektu. K tomu účelu se doporučuje užít postup Lira a Wögera [odkaz na konci tohoto oddílu]. Vychází ze vztahu

$$u(y_{\text{uncorr}})^2 = u(y_{\text{corr}})^2 + (y_{\text{corr}} - y_{\text{meas}})^2 \quad (4.6)$$

Ve výše uvedené rovnici vyjadřuje první člen nejistotu, která by se získala, kdyby se provedla korekce, zatímco druhý člen odpovídá pozorované odchylce. Tento postup lze rovněž použít, pokud (střední) odchylka na referenčním objektu není významná, a tudíž se žádná korekce neprovádí.

Na základě rovnice (4.2) se získá tato bilance nejistot:

$$u(y_{\text{uncorr}})^2 = s(y_{\text{meas}})^2 + u(\Delta)^2 + \Delta^2 = s_v^2 + \frac{S_{\text{meas}}^2}{n} + u(x_{\text{ref}})^2 + (x_{\text{meas}} - x_{\text{ref}})^2 \quad (4.7)$$

Rovnice (4.7) předpokládá, že nejistota v uvažovaném rozsahu měření je přibližně konstantní. Obvykle se však nejistota zvyšuje se zvyšujícími se hodnotami měřené veličiny. Za předpokladu proporcionálního růstu se může analogie rovnice (4.7) odvodit z rovnice (4.3), která platí, pokud je relativní nejistota přibližně konstantní. Oba přístupy však často budou problematické. Pak se může použít následující odhad, při kterém se extrapoluje nejistota stanovená pro referenční objekt na menší a větší hodnoty měřené veličiny.

$$u(y_{\text{uncorr}})^2 = s_v^2 + \frac{S_{\text{meas}}^2}{n} + u(x_{\text{ref}})^2 + (\bar{x}_{\text{meas}} - x_{\text{ref}})^2 \quad \text{pro } y_{\text{meas}} \leq \bar{x}_{\text{meas}} \quad (4.8)$$

$$u(y_{\text{uncorr}})^2 = \left(\frac{y_{\text{meas}}}{\bar{x}_{\text{meas}}} \right)^2 \left(s_v^2 + \frac{s_{\text{meas}}^2}{n} + u(x_{\text{ref}})^2 + (\bar{x}_{\text{meas}} - x_{\text{ref}})^2 \right) \quad \text{pro } y_{\text{meas}} > \bar{x}_{\text{meas}}$$

Zde je s_v procesní směrodatná odchylka platná pro $y_{\text{meas}} \approx \bar{x}_{\text{meas}}$.

Extrapolace nejistoty stanovené pro referenční objekt podle rovnice (4.8) je založena na následující empirické zkušenosti: Se snižujícími se hodnotami měřené veličiny se rovněž snižuje nejistota nebo zůstává v nejlepší případě konstantní. Se zvyšujícími se hodnotami měřené veličiny se rovněž zvyšuje nejistota nanejvýše úměrně hodnotě měřené veličiny. Toto pravidlo však neplatí bez výjimek. Proto se musí v případě pochybností použitelnost extrapolace s použitím rovnice (4.8) prověřit.

Odkaz: I. H. Lira a W. Wöger, *Evaluation of the uncertainty associated with a measurement result not corrected for systematic effects*, Meas Sci Technik 1998, **9**, str. 1010-1011.

4.3 Postup z N položek ($N \geq 2$)

4.3.1 Interpolace

Pokud nejsou podmínky pro postup vycházející z jediné položky splněny, musí se pro zjištění hodnoty vychýlení a v případě potřeby i pro stanovení korekce použít několik referenčních objektů. Lze-li předpokládat lineární vztah mezi chybami měření a hodnotami měřené veličiny, postačují pro tyto účely dva referenční objekty.

Použité veličiny a symboly jsou stejné jako v oddílu 4.2 s dodatkem doplňkových indexů A a B pro charakterizování veličin příslušejících referenčním objektům A a B. Pro zjednodušení se předpokládá stejný počet n naměřených hodnot u obou referenčních objektů.

Zjišťování preciznosti

Měření popsaná v oddílu 4.2.1 se provedou u obou referenčních objektů. Jestliže jsou referenční hodnoty $x_{A\text{ref}}$ a $x_{B\text{ref}}$ vzájemně blízké, může se u obou referenčních bodů použít stejná procesní směrodatná odchylka s_v . Jinak se musí stanovit dvě patřičné směrodatné odchylky s_{AV} a s_{BV} a použít v postupu. Jestliže se procesní směrodatná odchylka zvyšuje úměrně s hodnotou měřené veličiny, měření se vyhodnotí s použitím relativních směrodatných odchylek. Pak jediná hodnota s_{rel_v} relativní procesní směrodatné odchylky dostačuje.

Zjišťování hodnoty vychýlení

Měření obou referenčních objektů se provedou podle postupu popsaného v oddílu 4.2.2. Jestliže se u referenčního objektu objeví nepřijatelné vychýlení, je nezbytné podrobně prověřit všechny kroky postupu a zařízení ohledně zdroje chyby a provést vhodná opatření k nápravě.

Jestliže je zjištěné vychýlení pro oba referenční objekty přijatelné, podrobí se testování významnosti. V případě, že se shledá významné vychýlení u jednoho nebo obou referenčních objektů, provede se podle dostupných údajů buď korekce, nebo se ke zjištěné odchylce přihlídnou v bilanci nejistot.

Korekce vychýlení

Korekce pozorovaného vychýlení se provede pomocí dvou korekčních parametrů p a q podle následující rovnice:

$$y_{\text{corr}} = p + q \cdot y_{\text{meas}} \quad (4.9)$$

Korekční parametry se stanoví tak, aby y_{corr} u obou referenčních objektů souhlasilo s odpovídajícími referenčními hodnotami. Výpočet poskytnete

$$q = \frac{\bar{X}_{\text{Bref}} - \bar{X}_{\text{Aref}}}{\bar{X}_{\text{Bmeas}} - \bar{X}_{\text{Ameas}}} \quad (4.10)$$

$$p = \frac{1}{2} \left[(\bar{x}_{\text{Aref}} - \bar{x}_{\text{Bref}}) - q(\bar{X}_{\text{Ameas}} + \bar{X}_{\text{Bmeas}}) \right] \quad (4.11)$$

Standardní nejistota korigovaných výsledků měření se vypočte podle pravidel šíření nejistoty ze standardních nejistot a směrodatných odchylek příslušných veličin $s(y_{\text{meas}})$, $u(x_{\text{Aref}})$, $u(x_{\text{Bref}})$,

$s(\bar{X}_{\text{Ameas}}) = s_{\text{Ameas}} / \sqrt{n}$, $s(\bar{X}_{\text{Bmeas}}) = s_{\text{Bmeas}} / \sqrt{n}$ takto:

$$u(y_{\text{corr}})^2 = q^2 s(y_{\text{meas}})^2 + \left(\frac{\bar{X}_{\text{Bmeas}} - \bar{y}_{\text{meas}}}{\bar{X}_{\text{Bmeas}} - \bar{X}_{\text{Ameas}}} \right)^2 \left(u(x_{\text{Aref}})^2 + p^2 \cdot \frac{s_{\text{Ameas}}^2}{n} \right) + \left(\frac{\bar{y}_{\text{meas}} - \bar{X}_{\text{Ameas}}}{\bar{X}_{\text{Bmeas}} - \bar{X}_{\text{Ameas}}} \right)^2 \left(u(x_{\text{Bref}})^2 + p^2 \cdot \frac{s_{\text{Bmeas}}^2}{n} \right) \quad (4.12)$$

Jako směrodatná odchylka $s(y_{\text{meas}})$ nekorigovaných výsledků měření se použije vhodná procesní směrodatná odchylka. Zde je nutno zvážit, zda výsledkem je míněna jediná naměřená hodnota, nebo jako průměr ze specifikovaného počtu naměřených hodnot. Jestliže je výsledkem měření jediná hodnota, platí $s(y_{\text{meas}}) = s_v$; jestliže je výsledkem měření průměr z m hodnot, platí, že $s(y_{\text{meas}}) = s_v / \sqrt{m}$.

Uplatnění vychýlení v bilanci nejistot

Jestliže je korekce pomocí rovnic (4.9) – (4.11) pochybná, nebo jestliže jsou stanovené odchylky bezvýznamné, pak se žádná korekce neprovádí. Místo toho se odchylky pozorované na referenčních objektech zahrnou do bilance nejistot. Jako v oddílu 4.2 se doporučuje postup podle Lira a Wögera:

$$u(y_{\text{uncorr}})^2 = u(y_{\text{corr}})^2 + (y_{\text{corr}} - y_{\text{meas}})^2 \quad (4.13)$$

Pro tento výpočet se musí rovnice (4.9) – (4.12) dosadit do rovnice (4.13). Vzhledem k složitosti výsledné rovnice pro nejistotu $u(y_{\text{uncorr}})$ se tato zde neuvádí.

4.3.2 Aproximace metodou nejmenších čtverců

Vzhledem k širokému rozsahu měření a velké rozmanitosti objektů měření nebudou často dva referenční objekty postačovat. Už pro lineární případ vyžaduje spolehlivý odhad vychýlení a vhodná korekce alespoň tři referenční objekty. Zpracování několikanásobného porovnání vyžaduje jiné schéma než v předcházejících případech, protože počet referenčních objektů je větší než počet korekčních parametrů, které se mají stanovit (aproximace metodou nejmenších čtverců namísto interpolace).

V dalším je předmětem pojednání stanovení „korekční přímky“ jako nejčastější aplikace. Rozšířené rozsahy měření mohou vyvolat potřebu nelineární „korekční křivky“. Jejich výpočetní řešení vyžaduje metodu nelineární regrese, např. použití polynomů.

Při postupu o N bodech se změří N referenčních objektů a výsledný soubor údajů obsahující referenční hodnoty a odpovídající naměřené hodnoty se vyhodnotí pomocí lineární regrese. Pro toto vyhodnocení lze nejčastěji použít metodu nejmenších čtverců ve standardní formě. Podmínky pro její použití jsou následující:

- Nejistota referenčních hodnot je významně menší než rozptýlení naměřených hodnot.
- Rozptýlení naměřených hodnot je v uvažovaném rozsahu měření přibližně konstantní.

- Opakovaná měření stejného referenčního objektu vykazují přibližně normální rozdělení. Pro výpočet se referenční hodnoty zvolí jako hodnoty nezávislé proměnné x_{ref} a naměřené hodnoty jako hodnoty závislé proměnné x_{meas} . Výsledkem proložení je nejjvhodnější přímka, tj. lineární funkce

$$x_{meas} = \alpha + \beta \cdot x_{ref} \quad (4.14)$$

Jestliže vychýlení není žádné, je $\alpha = 0$ a $\beta = 1$. Jestliže $\alpha \neq 0$, existuje určité aditivní vychýlení, $\beta \neq 1$ znamená násobné vychýlení. V případě potřeby, se provádí korekce na vychýlení u výsledků měření srovnatelných objektů měření podle následující rovnice:

$$y_{corr} = \frac{y_{meas} - \alpha}{\beta} \quad (4.15)$$

Nejistota korigovaných výsledků měření se vypočte podle postupů popsaných v oddílu A.2 přílohy ze směrodatné odchylky $s(y_{meas})$ a nejistoty parametrů proložené přímky $u(\alpha)$, $u(\beta)$ a kovariance $u(\alpha \beta)$.

5 Odhad nejistot měření pomocí údajů z mezilaboratorního porovnání

5.1 Mezilaboratorní porovnání u validace metody

U standardních zkušebních postupů se obvykle pravdivost a preciznost stanovují prostřednictvím mezilaboratorního porovnání (viz ISO 5725-2). Z výkonnostních charakteristik získaných tímto způsobem je vhodným odhadem nejistoty měření takzvaná „směrodatná odchylka reprodukovatelnosti“ (S_R). Vzhledem k tomu, že již obsahuje systematické vlivy způsobené různými vlivy v provozu u zapojených laboratoří, není dodatečný příspěvek k nejistotě, který by odrážel systematické vlivy, již obvykle nutný.

Poznámka: Samotná „směrodatná odchylka opakovatelnosti“ stanovená při mezilaboratorním porovnání (s_r) nebo stanovená v laboratoři při opakovaných měřeních za stejných podmínek není obvykle vhodným odhadem nejistoty, neboť nezahrnuje závažné příspěvky nejistoty.

Mezinárodní technická specifikace ISO/TS 21748 *Guide to the use of repeatability and trueness estimates in measurement uncertainty estimation* z května 2003 uvádí přesné podmínky, za nichž může laboratoř použít směrodatnou odchylku reprodukovatelnosti s_R přiřazenou standardnímu zkušebnímu postupu jako odhad nejistoty výsledků měření získaných při použití tohoto postupu. Laboratoř musí v podstatě prokázat,

- a) že zkoušky se provádějí ve shodě se standardním postupem a zejména,
- b) že podmínky měření a objekty měření souhlasí s podmínkami a objekty při mezilaboratorním porovnání a
- c) že při provádění zkušebního postupu je pravdivost a preciznost slučitelná s údaji z mezilaboratorního porovnání.

Požadavek c) znamená, že laboratoř musí prověřit pravdivost a preciznost (viz oddíl 4) z hlediska slučitelnosti s údaji s_r a s_R z mezilaboratorního porovnávání. K tomu může laboratoř například provést opakovaná měření vhodného referenčního objektu.

Jestliže je n_{lab} počet měření, s_{lab} směrodatná odchylka série měření a $\Delta = \bar{x}_{lab} - x_{ref}$ odchylka průměrné hodnoty série měření od referenční hodnoty, pak je slučitelnost dána, jestliže

$$s_{\text{lab}} \approx s_r \quad \text{a}$$

$$|\Delta| \leq 2 \sqrt{\frac{s_r^2}{n_{\text{lab}}} + (s_R^2 - s_r^2)}.$$

5.2 Mezilaboratorní porovnání u zkoušení způsobilosti

Jestliže se laboratoř zúčastnila úspěšně zkoušení způsobilosti, může výsledky využít pro odhadování nejistoty použitého zkušební postupu. Některé jednoduché přístupy, jak to lze provést, jsou popsány níže. Podobný přístup je uveden v technické zprávě NORDTEST 537 *Handbook for calculation of measurement uncertainty in environmental laboratories*.

Alternativně zkoušky způsobilosti poskytují možnost prověřit platnost odhadů nejistot měření získaných jiným způsobem.

a) Referenční hodnota je dána

Referenční hodnotu (cílovou hodnotu) x_{ref} udává organizátor mezilaboratorního porovnání, spolu s standardní nejistotou $u(x_{\text{ref}})$. Laboratoř předloží n_{lab} naměřených hodnot s průměrnou hodnotou \bar{x}_{lab} a směrodatnou odchylkou s_{lab} . Z těchto údajů se, analogicky jako u výpočtu v oddílu 4.2, vypočtou tyto funkční parametry:

- rozdíl Δ_{RV} průměrné hodnoty hodnot naměřených v laboratoři a referenční hodnoty

$$\Delta_{\text{RV}} = \bar{x}_{\text{lab}} - x_{\text{ref}}$$

- standardní nejistota $u(\Delta_{\text{RV}})$ tohoto rozdílu

$$u(\Delta_{\text{RV}}) = \sqrt{\frac{s_{\text{lab}}^2}{n_{\text{lab}}} + u(x_{\text{ref}})^2}$$

Tyto parametry by mohly být v zásadě využity ke korekci v souladu s oddílem 4.2, rovnicemi (4.2) nebo (4.3). Často však přenos vychýlení určeného z jediného mezilaboratorního porovnání na ostatní měření bude problematický. Pak se má spíše od korekce upustit. Místo toho se má (střední) odchylka od referenční hodnoty zahrnout do bilance nejistot jako v oddílu 4.2 rovnicemi (4.7) nebo (4.8).

Poznámka: Jestliže již laboratoř stanovila nejistotu měření pro uvažovaný postup měření, pak se výsledky mezilaboratorních porovnání mohou použít k ověření této nejistoty měření. Pro tento účel se bude testovat významnost rozdílu Δ_{RV} průměrné hodnoty laboratorních výsledků a referenční hodnoty. Pro testování je potřeba nejistota měření $u(\bar{x}_{\text{lab}})$ této střední hodnoty. Ta mnohdy bude zahrnovat příspěvky k nejistotě způsobené systematickými vlivy s tím důsledkem, že známý součinitel $1/\sqrt{n}$ není obvykle použitelný, viz oddíl A. 5 přílohy.

Jestliže se laboratoř již zúčastnila opakovaných kol zkoušení způsobilosti, mají se odhady nejistot získané z jednotlivých cyklů porovnat a sloučit, jestliže jsou slučitelné. Sloučení by se mělo provést sdružením (pomocí čtverců průměru) příslušných odhadů nejistot. Tento přístup je použit v příručce NORDTEST, kde se požadují výsledky z nejméně 6 cyklů zkoušení způsobilosti.

b) Referenční hodnota není dána

V tomto případě jako náhradní řešení, stanoví organizátor mezilaboratorního porovnání referenční hodnotu z výsledků účastníků. Obvykle to bude průměrná hodnota $\langle x_{\text{RV}} \rangle$ z výsledků všech účastníků (v případě potřeby se vyloučí odlehlé hodnoty) s nejistotou danou směrodatnou odchylkou $s_{\text{RV}} / \sqrt{n_{\text{RV}}}$ této střední hodnoty. Zde je s_{RV} směrodatná

odchylka laboratorních průměrů, které přispívají k referenční hodnotě, a n_{RV} je jejich počet. Z těchto údajů lze vypočítat následující parametry (omezené) kontroly pravdivosti:

- rozdíl Δ_{RV} průměrné hodnoty hodnot naměřených v laboratoři a (náhradní) referenční hodnoty

$$\Delta_{RV} = \bar{x}_{lab} - \langle x_{RV} \rangle$$

- standardní nejistota $u(\Delta_{RV})$ tohoto rozdílu

$$u(\Delta_{RV}) = \sqrt{\frac{S_{lab}^2}{n_{lab}} + \frac{S_{RV}^2}{n_{RV}}}$$

Vycházejíce z těchto údajů, použije se stejný postup jako v případě a), ale vzhledem k nezabezpečení pravdivosti (náhradní) referenční hodnoty, nemá se provádět korekce. Místo toho se má (střední) rozdíl výsledků laboratoře a referenční hodnoty zahrnout do bilance nejistot jako v oddílu 4.2 podle rovnic (4.7) a (4.8).

c) *Mezilaboratorní porovnání pro specifický postup*

Mezilaboratorní porovnání pro specifický postup se často vyhodnocují podle ISO 5725-2. Pak se může za vhodných podmínek (viz oddíl 5.1) přímo použít směrodatná odchylka reprodukovatelnosti jako odhad nejistoty měření. Ta zahrnuje náhodné i systematické vlivy, pokud jsou způsobeny různým provedením úkonů zapojených laboratoří, ale nikoliv „vychýlení metody“ závislé na vlastním postupu měření.

Jiná vyhodnocování mohou vyžadovat směrodatnou odchylku jednotlivých naměřených hodnot všech účastníků (v případě potřeby se vyloučí odlehlé hodnoty) namísto směrodatné odchylky reprodukovatelnosti. Jestliže je k dispozici pouze směrodatná odchylka průměrných hodnot účastníků, může se sloučit se směrodatnou odchylkou stanovenou v laboratoři za podmínek vnitrolaboratorní reprodukovatelnosti.

5.3 Mezilaboratorní porovnání u certifikace referenčních materiálů

Jestliže laboratoř úspěšně použila příslušný postup v mezilaboratorní certifikační studii, může se rozdíl mezi výsledkem laboratoře - obvykle střední hodnotou získanou z řady opakovaných měření – a certifikovanou hodnotou použít k vyhodnocení pravdivosti.

Postup je v zásadě stejný jako v oddílu 5.2, kde certifikovaná hodnota a její nejistota přebírají úlohu referenční hodnoty a její nejistoty. Odchylka od certifikované hodnoty se pokládá za přijatelnou, jestliže se výsledek laboratoře zahrne do výpočtu certifikované hodnoty, ale větší odchylky mohou být pro rutinní aplikace rovněž přijatelné. Pokud jde o to, jak odchylku brát v úvahu, může se uvažovat korekce i zařazení do bilance nejistot, ale v případě pochybností se má dát přednost dodatečnému zohlednění v bilanci nejistot.

6 Hybridní strategie pro vyhodnocení nejistot měření

Jestliže se při měření uplatní ovlivňující faktory, které nebyly během validace postupu měření (v laboratoři nebo při mezilaboratorním porovnání) uvažovány, musí se odhad nejistoty stanovený při validaci příslušně doplnit. Toho lze dosáhnout hybridní strategií vyhodnocení nejistoty, kde se, pokud je to možné, kombinovaný účinek ovlivňujících faktorů stanoví využitím údajů z validačních studií a nutné doplňky se vytvoří modelováním vlivu reziduálních faktorů na výsledek a pomocí šíření nejistoty (kvadratické sčítání). Tato strategie kombinuje použití existujících údajů z validačních studií s flexibilitou modelového vyhodnocení jednotlivých příspěvků k nejistotě.

Jestliže se použije směrodatná odchylka reprodukovatelnosti s_R stanovená při mezilaboratorním porovnání za základ pro odhadování nejistoty výsledků získaných pomocí standardního zkušební postupu (viz oddíl 5.1) a jestliže se zkušební podmínky nebo zkušební objekty značně odchylojí od podmínek nebo objektů v mezilaboratorním porovnání, musí se vliv těchto odchylek odhadnout a sloučit se směrodatnou odchylkou reprodukovatelnosti. Pro tento účel platí tato schematická rovnice:

$$u_{\text{comb}} = \sqrt{s_R^2 + \sum u_{\text{other}}^2}$$

A naopak bilance nejistot se může zkontrolovat na úplnost porovnáním vypočtené nejistoty s rozptýlením výsledků opakovaných měření, rovněž včetně vychýlení, jestliže jsou k dispozici vhodné referenční objekty, a v případě potřeby doplnit.

V každém takovém vyhodnocení nejistoty je základním krokem podrobná analýza ovlivňujících veličin (zdrojů nejistoty) s cílem odlišit ty ovlivňující veličiny, jejichž příspěvky k nejistotě jsou zahrnuty do dané výkonnostní charakteristiky, např. směrodatné odchylky reprodukovatelnosti s_R , od ovlivňujících veličin, které nejsou zahrnuty, a tudíž se musí uplatnit nějakým jiným způsobem.

Poznámka: Přístup použitý v několika příkladech pokynu EURACHEM/CITAC *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement* zahrnující směrodatnou odchylku, která představuje celkové „rozptýlení daného postupu“, do podrobné bilance nejistot je kontraproduktivní z pohledu porovnání bilance nejistot s údaji přesnosti a směřuje k nadhodnocení nejistoty dvojnásobným započítáním.

7 Specifikace a dokumentace nejistoty měření

Vypočtené nebo odhadnuté nejistoty měření se spolu s hodnotou y měřené veličiny uvádí buď jako standardní nejistota $u(y)$, nebo jako rozšířená nejistota $U(y) = k \times u(y)$. Jestliže se uvádí rozšířená nejistota, pak se musí rovněž uvést použitý koeficient rozšíření k , pokud je to možné, příslušná odhadovaná konfidenční úroveň.

Standardní nejistota i rozšířená nejistota se mohou uvádět v absolutní hodnotě, nebo jako relativní hodnota (např. v procentech), a to dělením absolutní hodnotou měřené veličiny.

Nejhorší možné odhady nejistoty se uvádějí spolu s hodnotou y měřené veličiny jako číselná hodnota $|\Delta y|_{\text{max}}$, nebo ve tvaru nerovnosti pro chybu měření $|\Delta y|$. Ve specifikaci se musí vyloučit jakákoliv záměna se standardními nejistotami nebo s rozšířenými nejistotami.

Vyhodnocení nejistoty měření se musí dokumentovat vyčerpávajícím způsobem a dostatečně podrobně tak, aby se umožnila sledovatelnost všech hlavních kroků. Jestliže nebyly zohledněny podstatné příspěvky k nejistotě, musí se tato okolnost uvést a objasnit.

Odkazy²

V tomto seznamu jsou uvedeny normy a pokyny, na něž je v hlavním textu odkazováno. Odkazy na jiné publikace jsou uvedeny přímo v textu.

- [1] *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement*
1st corr. Edition, ISO, Geneva 1995, ISBN 92-67-10188-9.
[ČSN P ENV 13005: 2005, *Pokyn pro vyjádření nejistoty měření*].
- [2] *International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology*
2nd Edition, ISO, Geneva 1993, ISBN 92-67-10188-9.
[ČSN 01 0115: 1996 *Mezinárodní slovník základních a všeobecných termínů v metrologii*].³
- [3] DIN 1319-1, *Grundlagen der Messtechnik – Teil 1: Grundbegriffe*
Fundamentals of metrology – Part 1: Basic terminology
[*Základy metrologie – Část 1: Základní terminologie* (německy a anglicky)].
- [4] DIN 1319-4, *Grundlagen der Messtechnik – Teil 4: Auswertung von Messungen, Messunsicherheit*
Fundamentals of metrology – Part 4: Evaluation of measurements, uncertainty of measurement
[*Základy metrologie – Část 4: Vyhodnocování měření, nejistoty měření* (německy)].
- [5] DIN 55350-13,
Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik – Teil 13: Begriffe zur Genauigkeit von Ermittlungsverfahren und Ermittlungsergebnissen
Concepts in quality and statistics – Part 13: Concepts relating to the accuracy of methods of determination and results of determination
[*Pojmy v zabezpečování kvality a statistice – Část 13: Pojmy související s přesností metod stanovení a výsledků stanovení* (německy)].
- [6] ISO 3534-1, *Statistics – Vocabulary and symbols – Part 1: Probability and general statistical terms*
[ČSN ISO 3534-1:1994, *Statistika - Slovník a značky. Část 1: Pravděpodobnost a obecné statistické termíny*].
- [7] ISO 5725-2, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method*
[ČSN ISO 5725:1997 *Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření – Část 2: Základní metoda pro stanovení opakovatelnosti a reprodukovatelnosti normalizované metody měření*].
- [8] ISO/TS 21748, *Guide to the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation*

² K odkazům byly doplněny existující české překlady [v hranatých závorkách] anebo překlady názvů [v hranatých závorkách kurzívou]

³ Druhé vydání slovníku bylo již nahrazeno vydáním třetím publikovaným jako ISO/IEC Guide 99:2007 *International Vocabulary of Metrology – Basic and General Concepts and Associated Terms*, VIM dostupným na <http://www.bipm.org/en/publications/guides/vim.html>. Český překlad, *Mezinárodní metrologický slovník – Základní a všeobecné pojmy a přidružené termíny (VIM)*, vydávaný ČNI, je v tisku.

[ČSN P ISO/TS 21748:2005, *Návod pro použití odhadů opakovatelnosti, reprodukovatelnosti a správnosti při odhadování nejistoty měření*].

- [9] EURACHEM/CITAC GUIDE: *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement*
2nd Edition, EURACHEM / CITAC 2000
[*Stanovení nejistoty analytického měření. Kvalimetrie 11, (Suchánek M., ed.).*
EURACHEM-ČR, Praha 2001. ISBN 80-901868-9-0].
- [10] ,NORDTEST Technical Report 537, *Handbook for calculation of measurement uncertainty in environmental laboratories*
2nd Edition , NORDTEST 2004
[*Příručka pro výpočet nejistoty měření v environmentálních laboratořích*
(www.nordtest.org)].

Příloha

V této příloze jsou popsány obvyklé zdroje nejistoty (A. 1) a obvyklé metody vyhodnocování dat (A. 2 – A. 6).

V oddílech A. 2 až A. 6 se rozlišuje v matematickém vyjádření mezi veličinami/proměnnými X, Y atd. a jejich hodnotami x, y atd.

A.1 Často se vyskytující zdroje nejistoty

Zpravidla se musí při vyhodnocování nejistoty měření měřicího nebo zkušebního postupu uvažovat různé zdroje nejistoty a jejich příspěvky. V této příloze jsou uvedeny obvyklé zdroje nejistoty. Mohou se rozdělit do čtyř skupin:

1. Nejistoty, které závisejí na odběru / přípravě vzorků
 - a) odběr vzorků, které pouze v omezené míře reprezentují objekt měření
 - b) kontaminace / degradace vzorků během jejich odběru
 - c) kontaminace / degradace vzorků během jejich fyzikálního zpracování
 - d) homogenizace (neúplnost)
 - e) kontaminace / degradace vzorků během jejich skladování
 - f) chemický rozklad vzorků (neúplnost, kontaminace, vzájemné působení)
 - g) chemická příprava vzorků / separační techniky (neúplnost, kontaminace)
2. Příspěvky k nejistotě, které závisejí na vlastnostech zkoumaného objektu
 - a) rušení, nestálost zkoumaného objektu (změna příslušných veličin v čase)
 - b) degradace nebo stárnutí zkoumaného objektu (změna příslušných veličin v čase)
 - c) nehomogenita / nerovnoměrnost zkoumaného objektu (prostorová změna příslušných veličin)
 - d) vlivy matrice / interakce
3. Příspěvky k nejistotě, které závisejí na použitých metodách měření / zkoušení
 - a) chybné uplatnění nebo chybná definice měřené veličiny (aproximace, idealizace, hypotézy)
 - b) nejistota parametrů procesu (např. podmínek okolí) a příslušných ovlivňujících veličin
 - c) opomenuté ovlivňující veličiny (např. okolní teplota, okolní tlak, intenzita magnetického pole)
 - d) omezené prostorové rozlišení, neostrost nebo nejistota nastavení prahových hodnot diskriminátoru
 - e) meze detekce, omezená citlivost
 - f) šum a drift přístrojů
 - g) náhodná rušení (jako jsou rušivá pole atd.)
 - h) přizpůsobení nepřiměřených impedancí a přenos / transdukce měřené veličiny

- i) mrtvá doba přístroje (chyba způsobená koincencí)
 - j) přístrojová dynamika (frekvenční odezva / přeregulování / rezonance)
 - k) různé vnímání / vizualizace měřených veličin
 - l) vyhodnocení údajů, číselná přesnost atd.
 - m) nejistota získaná z mezilaboratorních porovnáání
4. Nejistota referenčních hodnot, na nichž jsou měření / zkouška založeny
- a) nejistota certifikovaných hodnot / kalibračních hodnot
 - b) drift / degradace referenčních hodnot / referenčních materiálů
 - c) nejistota převzatých hodnot z literatury (kompilace údajů, vědecké publikace atd.)
 - d) nejistota získaná z mezilaboratorních porovnáání

Různé příspěvky nejistoty nejsou nezbytně na sobě nezávislé. Jsou zčásti náhodné a zčásti systematické povahy. Náhodné vlivy přispívají ke kolísání jednotlivých výsledků při opakovaných měřeních. Příslušné nejistoty se mohou vyhodnotit pomocí statistických metod, např. jako výběrová směrodatná odchylka střední hodnoty (způsob A vyhodnocení). Nejistoty způsobené systematickými vlivy se musí vyhodnotit pomocí jiných vhodných přístupů nebo v případě převzatých hodnot stanovit z informací uvedených v příslušných odkazech (způsob B vyhodnocení).

A.2 Nejistota při lineární kalibraci

A.2.1 Obecně

Při lineární kalibraci, tak jak se to chápe v tomto oddílu, se stanovuje přímý vztah mezi hodnotami veličiny X a hodnotami druhé veličiny Y, např. mezi

- pevností v tahu a tvrdostí ocelových materiálů
- termoelektrickým napětím a teplotou termoelektrického článku
- odezvou a obsahem stanovované složky při přístrojové analytické metodě
- výsledky měření a odpovídajícími referenčními hodnotami při validaci zkušebních metod.

Vztah stanovený kalibrací se používá k výpočtu hodnot jedné veličiny (výstupní veličina, závislá proměnná) z odpovídajících hodnot druhé veličiny (vstupní hodnota, nezávislá proměnná). Podle toho, zda se jako vstupní veličina zvolí X, nebo Y, lze vyjádřit lineární vztah ve dvou různých tvarech: $Y = \alpha + \beta X$ a $X = \gamma + \delta Y$.

V dalším budeme předpokládat, že Y je funkcí X podle

$$Y = \alpha + \beta X \tag{A.2.1}$$

tzn., že úkolem kalibrace je stanovit parametry α (úsek) a β (směrnici) této funkční závislosti.

Pokud se použije lineární vztah stanovený kalibrací, musejí se rozlišovat dva případy:

- Přímá kalibrace: Y je cílová veličina, jejíž nejistota se musí stanovit, X je vstupní veličinou veličiny Y
- Nepřímá kalibrace: X je cílová veličina, jejíž nejistota se musí stanovit, Y je vstupní veličinou veličiny X

V případě přímé kalibrace se vztah $Y = \alpha + \beta X$ použije přímo k výpočtu cílové veličiny Y . Podle pravidel šíření nejistoty [viz oddíl 3.3, rovnici (3.11)] se nejistota $u(Y)$ cílové veličiny získá z nejistoty $u(X)$ vstupní veličiny X , nejistot $u(\alpha)$, $u(\beta)$ parametrů α , β a jejich kovariance $u(\alpha, \beta)$ takto:

$$u(Y)^2 = \beta^2 u(X)^2 + u(\alpha)^2 + X^2 u(\beta)^2 + 2Xu(\alpha, \beta) \quad (\text{A.2.2})$$

V případě nepřímé kalibrace se vztah $Y = \alpha + \beta X$ přímo nepoužije. Místo toho se k výpočtu cílové veličiny X použije inverzní vztah.

$$X = \frac{Y - \alpha}{\beta} \quad (\text{A.2.3})$$

Nejistota $u(X)$ cílové veličiny se získá takto:

$$u(X)^2 = \frac{u(Y)^2 + u(\alpha)^2 + X^2 u(\beta)^2 + 2Xu(\alpha, \beta)}{\beta^2} \quad (\text{A.2.4})$$

Poznámka 1: Jestliže parametry α a β se stanovují společně (jak se obvykle dělá), pak tyto veličiny jsou korelovány, protože zdroje jejich nejistoty jsou stejné: kalibrační údaje (x_1, y_1) , (x_2, y_2) , ..., (x_K, y_K) . Kovariance $u(\alpha, \beta)$ obvykle významně přispívá ke konečné nejistotě a proto nesmí být opomenuta.

Poznámka 2: Nejistota stanovená podle rovnice (A.2.2) nebo (A.2.4) je věrohodná pouze tehdy, jestliže byla prověřena a potvrzena validita regresního modelu. To se může provést statistickou analýzou reziduálního rozptýlení kalibračních bodů kolem proložené přímky (např. F-testem).

Další oddíly se zabývají stanovením parametrů α , β a vyhodnocením jejich nejistot, tj. veličin $u(\alpha)$, $u(\beta)$ a $u(\alpha, \beta)$.

A.2.2 Stanovení úseku a směrnice

Parametry α (úsek) a β (směrnice) se získají statistickým vyhodnocením příslušných kalibračních údajů $\{(x_1, y_1), (x_2, y_2), \dots, (x_K, y_K)\}$. V podstatě postačí ke stanovení přímky dva body (x_1, y_1) , (x_2, y_2) . Aby se zjistily možné chyby měření a pokud možno se kompenzovaly, použije se obvykle více než minimální počet kalibračních bodů (x_i, y_i) ($i = 1, 2, \dots, K$) a úsek a směrnice kalibrační přímky se stanoví lineární regresí. Ve většině případů se k tomuto účelu použije standardní verze metody nejmenších čtverců. Podle této metody se parametry α a β stanoví tak, že součet druhých mocnin odchylek $S = \sum [y_i - (\alpha + \beta x_i)]^2$ je minimální. Řešení tohoto optimalizačního problému je dáno následujícími dobře známými vzorci pro odhady úseku α a směrnice β .

$$\beta = \frac{Q_{xy}}{Q_{xx}} \quad (\text{A.2.5})$$

$$\alpha = \bar{y} - \beta \bar{x} \quad (\text{A.2.6})$$

Symbole v těchto rovnicích představují:

$$\bar{x} = [\sum x_i]/K \quad \text{průměrná hodnota z } x_1, x_2, \dots, x_K;$$

$$\bar{y} = [\sum y_i]/K \quad \text{průměrná hodnota z } y_1, y_2, \dots, y_K;$$

$$Q_{xx} = \sum (x_i - \bar{x})^2 \quad \text{součet druhých mocnin odchylek } x;$$

$$Q_{xy} = \sum (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y}) \quad \text{součet součinů odchylek } x \text{ a } y.$$

Součty pokrývají $i = 1, 2, \dots, K$.

Standardní verze metody nejmenších čtverců je založena na těchto předpokladech:

- Nejistota hodnot nezávislé proměnné X je zanedbatelná ve srovnání s rozptýlením hodnot závislé proměnné Y .
- Rozptýlení hodnot Y je v kalibračním rozpětí konstantní.
- Hodnoty Y pro dané X vykazují normální rozdělení.

Za těchto podmínek poskytuje metoda optimální odhady parametrů α a β . Metoda je však rovněž použitelná v případech mírných odchylek od těchto podmínek (viz standardní statistické příručky).

Jestliže nejsou výše uvedené podmínky ani přibližně splněny, musejí se použít jiné regresní metody. Pro mnohé aplikace se hodí modifikace standardní metody nejmenších čtverců, jsou to např.

- Metoda vážených nejmenších čtverců, jestliže rozptýlení hodnot Y v kalibračním rozpětí silně kolísá. Zde jsou druhé mocniny odchylek váženy inverzními rozptyly kalibračních hodnot.
- Zobecněná metoda nejmenších čtverců, jestliže nejistota hodnot X a rozptýlení hodnot Y jsou srovnatelné. Zde se minimalizuje součet druhých mocnin odchylek u X a Y , v případě potřeby vážený inverzními rozptyly, kalibračních hodnot.
- Robustní regresní metody, jestliže významné odchylky od normálního rozdělení nebo kalibračních údajů jsou smíšeny s výskytem odlehlých hodnot. Zde se místo průměrných hodnot a směrodatných odchylek použijí mediány a kvantily.

Podrobnější informace o výše uvedených regresních metodách poskytuje specializovaná literatura o regresních metodách, např. oddíl „Modelling of data“ v publikaci *Numerical Recipes in Fortran*, W. H. Press a jiní, 2. vydání, Cambridge University Press (1992).

A.2.3 Vyhodnocení nejistoty úseku a směrnice

Pro vyhodnocování parametrů α a β jsou k dispozici dvě základní metody:

- statistická analýza rozptýlení kalibračních bodů;
- šíření nejistoty kalibračních údajů.

Tyto dvě metody jsou popsány dále.

Statistická analýza

Statistická analýza zahrnuje pouze implicitní použití nejistoty kalibračních údajů. Prvním krokem je prověření, zda je rozptýlení kalibračních bodů kolem kalibrační přímky přibližně konstantní. Pokud je tomu tak, vypočte se takzvaná reziduální směrodatná odchylka s_R měřených hodnot y_i podle rovnice:

$$s_R^2 = \sum \frac{[y_i - (\alpha + \beta x_i)]^2}{K - 2} \quad (\text{A.2.7})$$

Pomocí této významné veličiny se standardní nejistoty $u(\alpha)$, $u(\beta)$ a kovariance $u(\alpha, \beta)$ získají takto:

$$u(\beta)^2 = \frac{s_R^2}{Q_{xx}} \quad (\text{A.2.8})$$

$$u(\alpha)^2 = s_R^2 \left[\frac{1}{K} + \frac{\bar{x}^{-2}}{Q_{xx}} \right] \quad (\text{A.2.9})$$

$$u(\alpha, \beta) = -s_R^2 \frac{\bar{x}}{Q_{xx}} \quad (\text{A.2.10})$$

Pro výpočet nejistoty cílové veličiny při přímé kalibraci podle rovnice (A.2.2)

$$u(Y)^2 = \beta^2 u(X)^2 + u(\alpha)^2 + X^2 u(\beta)^2 + 2Xu(\alpha, \beta)$$

nebo pro nepřímou kalibraci podle rovnice (A.2.4)

$$u(X)^2 = \frac{u(Y)^2 + u(\alpha)^2 + X^2 u(\beta)^2 + 2Xu(\alpha, \beta)}{\beta^2}$$

navíc je potřebná standardní nejistota příslušné vstupní veličiny $u(X)$ nebo $u(Y)$.

Při přímé kalibraci se obvykle předpokládá, že nejistota $u(X)$ vstupní veličiny je zanedbatelně malá. Tudíž standardní nejistota cílové veličiny Y je

$$u(Y)^2 = s_R^2 \left[\frac{1}{K} + \frac{(X - \bar{x})^2}{Q_{xx}} \right] \quad (\text{A.2.11})$$

Při nepřímé kalibraci je však Y vstupní veličinou. Standardní nejistotu $u(Y)$ lze odhadnout prostřednictvím reziduální směrodatné odchylky s_R kalibračních bodů. Přitom se musí vzít v úvahu, zda je vstupní veličina Y definovaná jako jediná hodnota, nebo jako průměrná hodnota ze specifikovaného počtu hodnot:

$$u(Y) = s_R \quad \text{jestliže } Y \text{ je jediná hodnota;}$$

$$u(Y) = s_R / \sqrt{m} \quad \text{jestliže } Y \text{ je průměrnou hodnotou z nezávislých hodnot.}$$

Tudíž v prvním případě (jediná hodnota) je standardní nejistota cílové veličiny X

$$u(X)^2 = \frac{s_R^2}{\beta^2} \left[1 + \frac{1}{K} + \frac{(X - \bar{x})^2}{Q_{xx}} \right] \quad (\text{A.2.12})$$

V druhém případě (průměrná hodnota) je standardní nejistota

$$u(X)^2 = \frac{s_R^2}{\beta^2} \left[\frac{1}{m} + \frac{1}{K} + \frac{(X - \bar{x})^2}{Q_{xx}} \right] \quad (\text{A.2.13})$$

Nejistota $u(Y)$ podle rovnice (A.2.11) nebo $u(X)$ podle rovnice (A.2.12) nebo (A.2.13) dosahuje svého maxima na hranicích kalibračního rozpětí. Jestliže jsou kalibrační hodnoty x_1, x_2, \dots, x_K přibližně ekvidistantní, lze tuto maximální hodnotu odhadnout takto:

$$u(Y)^2 < s_R^2 \cdot \frac{4}{K} \quad (\text{A.2.11a})$$

$$u(X)^2 < \frac{s_R^2}{\beta^2} \left(1 + \frac{4}{K} \right) \quad (\text{A.2.12a})$$

$$u(X)^2 < \frac{s_R^2}{\beta^2} \left(\frac{1}{m} + \frac{4}{K} \right) \quad (\text{A.2.13a})$$

Tato maxima se mohou u postupu měření použít k odhadu příspěvku kalibrace k celkové nejistotě nebo ke stanovení horní hranice této celkové nejistoty.

Obdobné výrazy platí pro varianty standardní metody nejmenších čtverců, jak je uvedeno v oddílu A.2.2.

Pokud jde o studium literatury, je třeba poznamenat, že symboly použité v tomto oddílu se odchylojí od standardně používaných statistických symbolů. Místo $u(x)^2$ se používá hlavně $\text{var}(x)$ a příležitostně $s(x)^2$, místo $u(x,y)$ hlavně $\text{cov}(x,y)$ a příležitostně $s(x,y)$.

Šíření nejistoty

V postupu, popsaném v předchozím oddílu, se nejistota kalibrace (tj. nejistota úseku a směrnice) odvozuje od rozptýlení kalibračních bodů kolem kalibrační čáry. Nejistota kalibračních údajů se v tomto výpočtu neuvažuje. Na rozdíl od toho se v postupu popsaném v tomto oddílu nejistota kalibrace odvozuje z nejistoty kalibračních údajů.

V přístupu založeném na šíření nejistoty se nejistoty úseku a směrnice kalibrační čáry a kovariance těchto dvou parametrů vypočtou z nejistot $u(x_i)$, $u(y_i)$ souřadnic kalibračních bodů. Kromě toho bude možná potřeba zahrnout kovariance $u(x_i, x_j)$, existuje-li korelace mezi kalibračními standardy. Tyto výpočty se provádějí pomocí těchto rovnic:

$$u(\alpha)^2 = \sum_i \left(\frac{\delta\alpha}{\delta x_i} \right)^2 u(x_i)^2 + \sum_i \left(\frac{\delta\alpha}{\delta y_i} \right)^2 u(y_i)^2 + \sum_{i \neq j} \left(\frac{\delta\alpha}{\delta x_i} \right) \left(\frac{\delta\alpha}{\delta x_j} \right) u(x_i, x_j) \quad (\text{A.2.14})$$

a obdobná rovnice pro $u(\beta)$

$$u(\alpha, \beta) = \sum_i \left(\frac{\delta\alpha}{\delta x_i} \right) \left(\frac{\delta\beta}{\delta x_i} \right) u(x_i)^2 + \sum_i \left(\frac{\delta\alpha}{\delta y_i} \right) \left(\frac{\delta\beta}{\delta y_i} \right) u(y_i)^2 + \sum_{i \neq j} \left(\frac{\delta\alpha}{\delta x_i} \right) \left(\frac{\delta\beta}{\delta x_j} \right) u(x_i, x_j) \quad (\text{A.2.15})$$

Nejčastěji se může třetí člen těchto rovnic položit rovný nule, protože kalibrační hodnoty x_i nezávislých veličin se obvykle stanoví na sobě nezávisle. Existují však praktické případy, kdy tato nezávislost neplatí, např. v řadě kalibračních roztoků získaných ředěním. Jestliže dvě „dceřiné roztoky“ pocházejí ze stejného „zásobního roztoku“, pak se chyba ve složení zásobního roztoku šíří do složení dceřiných roztoků v (kladně) korelované formě. Tato korelace se musí brát v úvahu v příslušných kovariancích.

Koeficienty citlivosti $(\delta\alpha/\delta x_i)$, $(\delta\alpha/\delta y_i)$, $(\delta\beta/\delta x_i)$, $(\delta\beta/\delta y_i)$ v rovnicích (A.2.14) a (A.2.15) se mohou stanovit diferenciálním počtem pouze ve výjimečných případech. Proto se tyto rovnice musejí obvykle vyhodnotit numerickou diferenciací. K tomuto účelu lze použít postup popsaný v oddílu A.4.

A.3 Modelování procesních kroků pomocí účinnosti a přírůstků

Pro aplikaci zákona šíření nejistoty

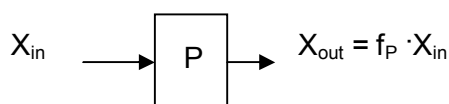
$$u(Y)^2 = \sum_{i=1}^N c_i^2 u(X_i)^2 + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{k=i+1}^N c_i \cdot c_k \cdot u(X_i, X_k) \quad (\text{A.3.1})$$

$$s \quad c_i = \left(\frac{\delta Y}{\delta X_i} \right) \quad (\text{A.3.2})$$

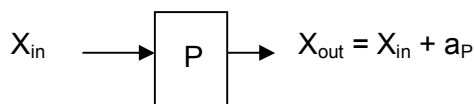
je nutné popsat výsledek Y jako funkci příslušných vstupních veličin X_1, X_2, \dots, X_N . Tento popis funkce je nutný ke stanovení koeficientů citlivosti $c_i = (\delta Y / \delta X_i)$.

Jestliže jsou vstupní veličiny X_i složkami (základními veličinami) měřené veličiny – např. hmotnost vzorku a objem vzorku v případě hustoty (objemové hmotnosti) – a jestliže Y je dáno jako matematická funkce vstupních veličin, mohou se derivace ($\partial Y/\partial X_i$) vypočítat v podstatě bez problému. Jestliže je vztah mezi měřenou veličinou a vstupními veličinami dán algoritmem, mohou se derivace vypočítat numerickými postupy (viz oddíl A.4). Zdroji nejistoty jsou však často procesní kroky – např. odběr vzorků, příprava vzorků, ale také korekce na pozorovaná vychýlení – kde není jasné, jak dosáhnout popisu funkce s členy vstupních veličin. V dalším je uveden popis procesních kroků pomocí účinnosti a přírůstků. Tento popis je vhodný pro takové procesní kroky, kde jsou vstupní a výstupní veličina stejné a liší se jen svými hodnotami, např. obsah analytu před a po přípravě vzorku.

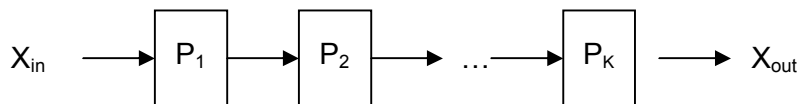
Popis používající účinnosti charakterizuje účinek procesního kroku P vynásobením vstupní veličiny bezrozměrným číselným součinitelem f_P .



Popis pomocí přírůstků charakterizuje účinek procesního kroku P přičtením pomocného členu a_P (stejného rozměru jako vstupní veličina).



V jednoduchých případech se může celý postup popsat řetězcem procesních kroků P_1, P_2, \dots, P_K :



Pak je vztah vstupní/výstupní dán pomocí součinitelů účinnosti

$$X_{out} = f_1 \cdot f_2 \cdot \dots \cdot f_K \cdot X_{in} \quad (\text{A.3.3})$$

nebo pomocí přírůstků

$$X_{out} = X_{in} + a_1 + a_2 + \dots + a_K \quad (\text{A.3.4})$$

Zde X_{out} je pozorovaná veličina, zatímco X_{in} je skutečná veličina, jejíž hodnota se musí stanovit. Tudíž výsledek $Y = X_{in}$ se získá jako funkce veličiny pozorované na konci řetězce $X_{meas} = X_{out}$ a charakteristik jednotlivých procesních kroků takto:

$$Y = \frac{X_{meas}}{f_1 \cdot f_2 \cdot \dots \cdot f_K} \quad (\text{A.3.5})$$

nebo

$$Y = X_{meas} - (a_1 + a_2 + \dots + a_K) \quad (\text{A.3.6})$$

Nejistota výsledku se získá ze vztahu

$$\left(\frac{u(Y)}{Y}\right)^2 = \left(\frac{u(X_{meas})}{X_{meas}}\right)^2 + \left(\frac{u(f_1)}{f_1}\right)^2 + \dots + \left(\frac{u(f_K)}{f_K}\right)^2 \quad (\text{A.3.7})$$

nebo

$$u(Y)^2 = u(X_{meas})^2 + u(a_1)^2 + \dots + u(a_K)^2 \quad (\text{A.3.8})$$

Tyto bilance nejistot rovněž platí, jestliže se součinitele účinnosti f_i rovnají jednotce, nebo jestliže se přírůstky rovnají nule, protože hodnoty jednotky a nula mohou rovněž nést nejistotu. Mnohdy dostupné informace nepostačují ke specifikování hodnoty $a_i \neq 0$ nebo $f_i \neq 1$, ale mohou poskytnout hrubý odhad použitelného rozsahu. Pak je vhodné položit $a_i = 0 \pm u(0)$ nebo $f_i = 1 \pm u(1)$.

Ve složitějších případech může být lepší pracovat se součiniteli účinnosti i s přírůstky. Pak se musí vytvořit bilance nejistot odpovídajícím způsobem.

A.4 Numerické metody pro šíření nejistoty

A.4.1 Výpočet konečných diferencí

Standardní nejistota $u(Y)$ výsledku Y , který závisí na několika vstupních veličinách X_1, X_2, \dots, X_N se vytvoří ze standardních nejistot $u(X_1), u(X_2), \dots, u(X_N)$ vstupních veličin a, jestliže je to podstatné, kovariancí $u(X_i, X_k)$ mezi korelovanými vstupními veličinami takto:

$$u(Y)^2 = \sum_{i=1}^N u_i^2 + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{k=i+1}^N u_{ik} \quad (\text{A.4.1})$$

Zde jsou veličiny u_i a u_{ik} dány vztahem

$$u_i = \left(\frac{\delta Y}{\delta X_i} \right) \cdot u(X_i) \quad (\text{A.4.2})$$

a

$$u_{ik} = \left(\frac{\delta Y}{\delta X_i} \right) \cdot \left(\frac{\delta Y}{\delta X_k} \right) \cdot u(X_i, X_k) \quad (\text{A.4.3})$$

Aplikace těchto rovnic ručním výpočtem se může setkat v následujících krocích s problémy.

- 1) stanovení koeficientů citlivosti $(\delta Y / \delta X_i)$ diferenciálním výpočtem;
- 2) stanovení a sloučení příspěvků nejistoty u velkých počtů ovlivňujících veličin.

Koeficienty citlivosti $(\delta Y / \delta X_i)$ se mohou stanovit výlučně diferenciálním výpočtem pouze tehdy, jestliže výsledek Y je jednoduchou matematickou funkcí vstupních veličin X_i , např. jako součet nebo součin. U složitějších funkcí je výpočet derivací pracný a náchylný k chybám. Jestliže vztah mezi výsledkem Y a vstupními veličinami není dán jako matematická funkce, ale výpočetním programem, pak výpočet derivací není možný.

V takových případech mohou být koeficienty citlivosti $(\delta Y / \delta X_i)$ aproximovány podíly konečných rozdílů. U šíření nejistoty se může tento postup pohodlně uskutečnit výpočtem přibližné hodnoty Δ_i pro součin $u_i = (\delta Y / \delta X_i) u(X_i)$, a to v jediném kroku ze vztahu

$$\Delta_i = Y \left(X_1, \dots, X_i + \frac{u(X_i)}{2}, \dots, X_N \right) - Y \left(X_1, \dots, X_i - \frac{u(X_i)}{2}, \dots, X_N \right) \quad (\text{A.4.4})$$

Pomocí těchto veličin se získá přibližná hodnota standardní nejistoty výsledku takto:

$$u(Y)^2 = \sum_{i=1}^N \Delta_i^2 + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{k=i+1}^N \Delta_i \cdot \Delta_k \cdot r(X_i, X_k) \quad (\text{A.4.5})$$

Zde je $r(X_i, X_k)$ korelační koeficient veličin X_i a X_k (veličina vztažená k příslušné kovarianci a standardním nejistotám, viz oddíl A.6).

$$u(X_i, X_k) = r(X_i, X_k) \cdot u(X_i) \cdot u(X_k) \quad (\text{A.4.6})$$

Pokud nejsou vstupní veličiny významně korelovány, lze druhou část součtu na pravé straně rovnice (A.4.5) vynechat.

Výpočet popsán výše se může pohodlně provést pomocí tabulkového editoru. Postup je podrobně popsán v pokynu EURACHEM/CITAC Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, příloze E, oddílu E.2 (odkaz 9, pozn. překl.).

Stanovení korelačních koeficientů $r(X_i, X_k)$ mezi korelovanými vstupními veličinami, když jsou potřeba, je popsáno v oddílu A.6.

A.4.2 Simulace Monte Carlo

Pomocí postupu popsaneho v předchozím oddílu lze u všech praktických aplikací vypočítat kombinovanou standardní nejistotu lineární aproximací rovnicí (A.4.1). Jak již však bylo uvedeno v hlavním textu, může lineární aproximace vést k významným chybám, jestliže vztah mezi výsledkem Y a vstupní veličinou X_i není lineární. Kromě toho se rozdělení pravděpodobnosti výsledku Y může značně odchylovat od normálního rozdělení s tím důsledkem, že $k = 2$ významně podceňuje koeficient rozšíření pro 95 % rozšíření.

Těmto problémům se lze vyhnout, jestliže se místo standardních nejistot sloučí (rozšíří) rozdělení pravděpodobnosti přisouzená vstupním veličinám. V metodě Monte Carlo je přisouzeno každé vstupní veličině vhodné rozdělení (obvykle normální rozdělení, pravouhlé rozdělení nebo trojúhelníkové rozdělení).

Z těchto rozdělení je simulována „náhodná hodnota“ pro každou veličinu a hodnota cílové veličiny se vypočte z tohoto souboru vstupních údajů. Tento postup se mnohokrát opakuje tak, aby se získal soubor údajů pro cílovou veličinu, která představuje náhodný vzorek z „potenciálních“ hodnot cílové veličiny jako funkce variant vstupních veličin podle jejich rozdělení. Střední hodnota a směrodatná odchylka tohoto náhodného vzorku se odhadne pro hodnotu cílové veličiny a její standardní nejistoty. Aby se dosáhlo věrohodných odhadů, je nezbytný vysoký počet opakování (od 10^3); potřebná velikost se musí obvykle stanovit zkusmo.

Metoda Monte Carlo však poskytuje daleko více než odhad cílové veličiny a její standardní nejistoty: odhadované rozdělení hodnot, které jsou přisouzeny cílové veličině, založené na dostupných informacích o vstupních veličinách. V případě významných odchylek od normálního rozdělení poskytuje simulované rozdělení reálnější konfidenční interval než $x \pm 2u(x)$, např. jako nejmenší interval, který obsahuje 95 % rozdělení.

Aplikace metody Monte Carlo pro vyhodnocení nejistoty je popsána v řadě publikací, např. v publikaci *Software Specification for Uncertainty Calculation (Softwarové specifikace pro výpočet nejistoty)*, M. Cox, M. Saigon, P. Harris, Report NPL - CMSC 40/40 (2004), k dispozici je pro tento účel také komerční software.

A.4.3 Software

Pro výpočet nejistoty měření prostřednictvím šíření nejistoty jsou k dispozici různé počítačové programy.

Technická zpráva Nordtest Technical Report 430 *Tools for the test laboratory to implement measurement uncertainty budgets (Nástroje pro zkušební laboratoře k provádění bilanci nejistot měření)* (1993) obsahuje přehled v té době obecně dostupných softwarů.

Doporučuje se vyhledat aktualizované informace na internetu.

A.5 Nejistota průměrných hodnot

Zprůměrování, tj. použití průměrné hodnoty, je daleko nejčastější operací při vyhodnocování experimentálních údajů. Proto si šíření nejistoty při zprůměrování zaslouhuje zvláštní pozornost. Nejběžněji, avšak bez patřičného zvážení, je používán známý zákon ($1/\sqrt{n}$), podle něhož směrodatná odchylna průměrné hodnoty z n jednotlivých hodnot je ($1/\sqrt{n}$) násobkem směrodatné odchylny jednotlivých hodnot. To však platí pouze pro nekorelované (tj. statisticky nezávislé) jednotlivé hodnoty. U korelovaných jednotlivých hodnot se musí uvažovat kovariance mezi jednotlivými hodnotami.

Korelace mezi jednotlivými hodnotami souboru údajů (přesněji: mezi chybami jednotlivých hodnot) se vyskytují, kdykoliv se složky chyby měření nemění náhodně mezi jednotlivými hodnotami souboru údajů, ale jsou konstantní nebo se mění systematicky. To se může zjistit pečlivou analýzou složek chyby měření nebo statistickým vyhodnocením vhodné série měření (viz oddíl A.6).

A.5.1 Obecně

Standardní nejistota (směrodatná odchylna) průměrné hodnoty \bar{y} z n nezávislých jednotlivých hodnot y_1, y_2, \dots, y_n je dána vztahem

$$u(\bar{y})^2 = \frac{1}{n^2} \sum_{i=1}^n u(y_i)^2 \quad (\text{A.5.1})$$

V něm označuje $u(y_i)$ standardní nejistoty (směrodatné odchylny) jednotlivých hodnot y_i . Jestliže všechny jednotlivé hodnoty pocházejí ze stejného statistického rozdělení se směrodatnou odchylkou σ a jestliže zdrojem nejistoty je pouze náhodné rozptýlení, platí $u(y_i) = \sigma$ udávající

$$u(\bar{y})^2 = \frac{\sigma^2}{n} \quad (\text{A.5.2})$$

A známý zákon ($1/\sqrt{n}$) tudíž poskytuje:

$$u(\bar{y}) = \frac{\sigma}{\sqrt{n}} \quad (\text{A.5.3})$$

Z tohoto vyplývá, že se směrodatná odchylna průměrné hodnoty z n nezávislých jednotlivých hodnot se zvyšujícím se rozsahem výběru n blíží nule.

Jestliže jsou však jednotlivé hodnoty korelovány – např. jestliže mají dohromady jeden nebo více zdrojů nejistot – standardní nejistota průměrné hodnoty je dána vztahem

$$u(\bar{y})^2 = \left[\frac{1}{n^2} \sum_{i=1}^n u(y_i)^2 + 2 \sum_{i=1}^{n-1} \sum_{k=i+1}^n u(y_i, y_k) \right] \quad (\text{A.5.4})$$

Zde jsou $u(y_i, y_k)$ kovariance mezi jednotlivými hodnotami.

Jestliže jsou všechny hodnoty navzájem stejně korelovány s $u(y_i) = \sigma$ a korelační koeficient je r , pak nejistota průměrné hodnoty se rovná

$$u(\bar{y})^2 = \left(r + \frac{1-r}{n} \right) \cdot \sigma^2 \quad (\text{A.5.5})$$

$u(\bar{y})$ je značně podhodnocená prostřednictvím σ / \sqrt{n} i u mírné korelace: jestliže $r = 0,5$, pak $u(\bar{y}) \geq \sigma / \sqrt{2}$.

Korelace se vyskytují tehdy, když kromě náhodných změn jsou jednotlivé hodnoty ovlivněny vychýlením, např. použitím stejné kalibrace. Pak se náhodné odchylky ruší (čím větší rozsah výběru n , tím dokonaleji). Vychýlení se však zprůměrováním nezruší a se zvětšujícím se rozsahem výběru n se stane dominantní částí nejistoty průměrné hodnoty.

Příklad: Laboratoř chce pro standardní postup měření použít směrodatnou odchylku reprodukovatelnosti s_R stanovenou při mezilaboratorním porovnání. S cílem zvýšit u zvláštní aplikace přesnost však, na rozdíl od standardního postupu, provedla opakovaná měření (n) a použila průměrnou hodnotu. Pak se nemůže uvažovat $u(\bar{y}) = s_R / \sqrt{n}$, protože směrodatná odchylka reprodukovatelnosti s_R sestává podle $s_R^2 = s_r^2 + s_L^2$ ze dvou složek. Při zprůměrování několika výsledků měření jednotlivé laboratoře kolísá náhodně pouze opakovatelná složka chyby měření, zatímco složka laboratorní odchylky zůstává konstantní. Proto se musí standardní nejistota střední hodnoty v laboratoři vypočítat podle $u(\bar{y})^2 = s_r^2 / n + s_L^2$.

Závěrem lze uvést, že rovnice (A.5.1) a/nebo (A.5.2) a (A.5.3) se mohou použít pouze tehdy, jestliže se zajistí, že jednotlivé hodnoty nejsou korelovány, nebo jestliže se může prokázat, že příspěvek korelací je zanedbatelný. Jinak se musí, je-li to podstatné, korelace zjistit a vzít kvantitativně v úvahu. K tomuto účelu se mohou použít tyto dva alternativní postupy:

- 1) návrat k nekorelovaným vstupním veličinám, a šíření nejistoty za použití takových vstupních veličin;
- 2) šíření nejistoty podle rovnice (A.5.4) s kovariancemi vyhodnocenými podle oddílů A.5.2 nebo oddílu A.6.

A.5.2 Korelace v rámci série měření

Tento oddíl pojednává o problému, jak vyhodnotit nejistotu průměrné hodnoty \bar{y} série měření y_1, y_2, \dots, y_n , když byly jednotlivé hodnoty získány použitím stejného postupu měření na stejném objektu měření (nebo v podstatě totožných různých objektech měření).

Za těchto okolností je standardní nejistota stejná u všech jednotlivých hodnot, tzn., že pro všechny y_i platí $u(y_i) = u(y)$. Bez ohledu na čistě náhodné změny od měření k měření, však existují obvykle vlivy na měření, které zůstávají během série měření nezměněny: např. kalibrace, podmínky měření, charakteristiky objektů měření. Nejistota měření $u(y)$ tudíž sestává ze dvou složek podle

$$u(y)^2 = u_{\text{var}}(y)^2 + u_{\text{inv}}(y)^2 \quad (\text{A.5.6})$$

Zde $u_{\text{var}}(y)$ vyjadřuje příspěvky vlivů měnících se od měření k měření, zatímco $u_{\text{inv}}(y)^2$ znamená vlivy, které jsou od měření k měření trvalé (neměnné).

Pro $u_{\text{var}}(y)$ je vhodným odhadem procesní směrodatná odchylka s_v , tj. směrodatná odchylka vnitrolaboratorní reprodukovatelnosti; místo ní se jako náhrada může použít směrodatná odchylka jednotlivých hodnot série měření. Jestliže není pro $u_{\text{inv}}(y)$ k dispozici žádný samostatný odhad, ale odhad pro celkovou nejistotu $u(y)$ (např. směrodatná odchylka reprodukovatelnosti s_R), může se pro $u_{\text{inv}}(y)$ použít druhá odmocnina rozdílu $u(y)^2 - s_v^2$:

$$u_{\text{inv}}(y) = \sqrt{u(y)^2 - s_v^2} \quad (\text{A.5.7})$$

Kovariance $u(y, y')$ mezi dvěma jednotlivými hodnotami se získá jako

$$u(y, y') = u_{\text{inv}}(y)^2 = u(y)^2 - s_v^2 \quad (\text{A.5.8})$$

Nejistota průměrné hodnoty tedy je

$$u(\bar{y})^2 = \frac{u_{\text{var}}(y)^2}{n} + u_{\text{inv}}(y)^2 = \frac{s_v^2}{n} + (u(y)^2 - s_v^2) \quad (\text{A.5.9})$$

Tato rovnice ukazuje, že zprůměrnování pouze sníží nejistotu vyplývající z náhodných vlivů prostřednictvím součinitele $1/\sqrt{n}$, zatímco nejistota zohledňující systematické vlivy zůstává nezměněna.

Korelace neovlivňuje pouze nejistotu průměrných hodnot, ale rovněž jiné kombinace naměřených hodnot, které se získají použitím stejného postupu měření na stejném objektu měření nebo na srovnatelných objektech měření. Tedy např., pokud jde o rozdíl

$$u(y - y')^2 = u(y)^2 + u(y')^2 - 2u(y, y') \quad (\text{A.5.10})$$

Jestliže je nejistota měření stejná u y a y' , poskytuje rovnice (A.5.8) poskytuje

$$u(y - y') = 2s_v^2 \quad (\text{A.5.11})$$

namísto $2u(y)^2$, jak by se získalo bez zohlednění korelací. Důvodem pro toto zvýšení přesnosti je, že se vychýlení zruší v případě rozdílů (a stejně u podílů), stejně jako např. při diferenčním vážení.

A.6 Vyhodnocení kovariancí a korelačních koeficientů

A.6.1 Obecně

Pro výpočet standardní nejistoty $u(Y)$ výsledku Y , která závisí na několika vstupních veličinách X_1, X_2, \dots, X_N , jsou zapotřebí kromě standardních nejistot $u(X_1), u(X_2), \dots, u(X_N)$ vstupních veličin i kovariance $u(X_i, X_j)$ mezi korelovanými vstupními veličinami X_i, X_j .

Korelace se musí uvažovat, vždy když dvě vstupní veličiny závisí jedna na druhé nebo na společné třetí (možná skryté) veličině nebo na několika takových veličinách. Tato závislost se může přímo týkat samotných fyzikálních veličin. Tedy hmotnostní podíl složek směsi několika látek závisí na sobě navzájem, protože jejich součet je roven jednotce. Častěji jsou však příslušné fyzikální veličiny na sobě nezávislé, ale jejich hodnoty se nezávisle nestanovují. To je případ, kdy jsou dvě veličiny stanoveny v rámci stejného experimentu – např. úsek a směrnice kalibrační přímky – nebo když se použije stejný etalon (standard) pro různá měření. Pak jsou stanovené veličiny závislé na společných veličinách: kalibračních údajích a/nebo hodnotě etalonu (měřicího standardu) atd.

Kovariance $u(X_i, X_j)$ mezi dvěma vstupními veličinami X_i a X_j se může rovnat nule, jestliže

- X_i a X_j jsou nezávislé fyzikální veličiny a jejich hodnoty byly stanoveny nezávisle jedna od druhé, nebo
- alespoň jedna ze dvou nejistot $u(X_i), u(X_j)$ je zanedbatelně malá.

Jestliže informace potřebné ke stanovení kovariance nejsou k dispozici a nemohou být získány za odůvodnitelné náklady, pak je třeba se uchýlit k hrubším odhadům. Základem pro ně je skutečnost, že $u(X_i, X_j)$ leží mezi $u(X_i)u(X_j)$ a $-u(X_i)u(X_j)$. Jestliže nejsou dostupné žádné další údaje o velikosti kovariance a ani o znaménku, pak se může uvažovat $u(X_i, X_j) = 0$, aby se zároveň zabránilo nadhodnocení a podhodnocení. Jestliže je však podstatné zabránit podhodnocení za cenu možného nadhodnocení, pak lze uvažovat $u(X_i, X_j) = u(X_i)u(X_j)$. Jemnější odhady jsou možné, jestliže jsou k dispozici určité představy o mechanismu korelace.

Často jsou korelace důsledkem změny proměnných tam, kde byly původně nekorelované proměnné nahrazeny vhodnějším souborem odvozených proměnných (menší počet, vhodnější systém charakterizace atd.). Tato výhoda je však často zaplácena výskytem

korelací. Jestliže to vede k potížím při vyhodnocování nejistoty, je účelné navrátit se od korelovaných vstupních veličin k původním nekorelovaným veličinám, nebo hledat alternativní nekorelované veličiny.

Jestliže se nelze vyhnout stanovení kovariancí, jsou k dispozici dva základní přístupy:

- šíření nejistoty se zohledněním společných proměnných;
- experimentální stanovení z paralelních měření.

A.6.2 Šíření nejistoty

Jestliže jsou dvě veličiny X_i a X_j závislé na stejných nekorelovaných veličinách Z_1, Z_2, \dots, Z_K , je kovariance mezi nimi dána vztahem

$$u(X_i, X_j) = \sum_{k=1}^K \left(\frac{\delta X_i}{\delta Z_k} \right) \cdot \left(\frac{\delta X_j}{\delta Z_k} \right) \cdot u(Z_k)^2 \quad (\text{A.6.1})$$

Jestliže veličiny Z_1, Z_2, \dots, Z_K jsou rovněž korelované, jejich kovariance se mají rovněž uvažovat. V tomto případě se výpočet provede podle

$$u(X_i, X_j) = \sum_{k=1}^K \left(\frac{\delta X_i}{\delta Z_k} \right) \cdot \left(\frac{\delta X_j}{\delta Z_k} \right) \cdot u(Z_k)^2 + 2 \sum_{k=1}^{K-1} \sum_{l=k+1}^K \left(\frac{\delta X_i}{\delta Z_k} \right) \cdot \left(\frac{\delta X_j}{\delta Z_l} \right) \cdot u(Z_k, Z_l) \quad (\text{A.6.2})$$

A.6.3 Paralelní měření

Jestliže byla opakovaná měření dvou veličin X_i a X_j , poskytující dvojici hodnot $(x_{i1}, x_{j1}), (x_{i2}, x_{j2}), \dots, (x_{in}, x_{jn})$, provedena společně za specifických podmínek, mohou se hodnoty X_i a X_j odhadnout pomocí průměrných hodnot \bar{x}_i a \bar{x}_j z hodnot $x_{i1}, x_{i2}, \dots, x_{in}$ a $x_{j1}, x_{j2}, \dots, x_{jn}$. Kovariance $u(X_i, X_j)$ mezi X_i a X_j se mohou odhadnout obdobně pomocí experimentální kovariance průměrných hodnot $s(\bar{x}_i, \bar{x}_j)$. Platí vztah

$$s(\bar{x}_i, \bar{x}_j) = \frac{1}{n(n-1)} \cdot \sum_{p=1}^n (x_{ip} - \bar{x}_i)(x_{jp} - \bar{x}_j) \quad (\text{A.6.3})$$

Standardní nejistoty $u(X_i)$ a $u(X_j)$ lze pak odhadnout pomocí výběrových směrodatných odchylek $s(\bar{x}_i)$ a $s(\bar{x}_j)$ průměrných hodnot, které jsou dány takto:

$$s(\bar{x}_i)^2 = \frac{1}{n(n-1)} \cdot \sum_{p=1}^n (x_{ip} - \bar{x}_i)^2 \quad (\text{A.6.4})$$

a obdobná rovnice platí pro $s(\bar{x}_j)$.

Jestliže hodnoty pro $u(X_i)$, $u(X_j)$ a $u(X_i, X_j)$ se použijí jako procesní nejistoty pro budoucí měření veličin X_i a X_j , pak se musí zvážit, zda se stanovují jediné hodnoty nebo průměrné hodnoty. U jedinečných hodnot se odhady pro $u(X_i, X_j)$ a $u(X_i)^2$ a $u(X_j)^2$ stanovené podle rovnic (A.6.3) a (A.6.4) musí násobit součinitelem n , u průměrných hodnot z m jednotlivých hodnot součinitelem n/m .

Poznámka: Jestliže počet n naměřených hodnot je malý, jsou odhady získané z rovnic (A.6.3) a (A.6.4) velmi nepřesné. Pak může být lepší použít odhady založené na zkušenostech nebo jednoduchých modelech.

A.6.4 Korelační koeficienty

Korelační koeficienty $r(X_i, X_j)$ lze získat z kovariancí $u(X_i, X_j)$ normalizací příslušnými standardními nejistotami:

$$r(X_i, X_j) = \frac{u(X_i, X_j)}{u(X_i) \cdot u(X_j)} \quad (\text{A.6.5})$$

V případě potřeby lze odhady korelačních koeficientů stanovit z odhadů kovariancí a standardních nejistot, např. sloučením rovnic (A.6.3) a (A.6.4). Jestliže jsou k dispozici informace o znaménku a velikosti korelace, korelační koeficienty lze odhadnout přímo na tomto základě.

Příklad: Korelace mezi jednotlivými hodnotami série měření (viz oddíl A.5) mohou být pouze kladné, tj. $0 < r \leq 1$. Chybějí-li podrobnější informace, lze uvažovat $r = 0,5$.