



European
co-operation for
Accreditation

*Referința de
Publicare*

EA- 4/16

**Linii Directoare EA
privind
exprimarea incertitudinii
în încercarea cantitativă**

SCOP

Scopul acestui document este de a armoniza evaluarea incertitudinilor asociate cu rezultate de măsurare și încercare în interiorul EA. Pentru a atinge aceasta, sunt indicate recomandări și sfaturi pentru evaluarea acelor incertitudini.

Colectiv de autori

Acest document a fost elaborat de un grup de experți EA în incertitudine de măsurare în numele Comitetului EA de Laboratoare.

Limba oficială

La cerere, textul poate fi tradus în alte limbi. Versiunea în limba engleză rămâne versiunea definitivă.

Drepturi de autor

Dreptul de autor al acestui text este deținut de EA. Textul nu poate fi copiat pentru revânzare.

Informații ulterioare

Pentru informații ulterioare despre această publicație se contactează reprezentantul național al EA. Vă rugăm să verificați pagina noastră web: <http://www.european-accreditation.org> pentru informații actualizate.

Data aprobării: Noiembrie 2003

Date implementării : Noiembrie 2004

Perioada de tranziție : -----

Traducerea din limba Engleză: dr. Mirella Buzoianu

© RENAR

Reproducerea sau utilizarea integrală sau parțială a acestei versiuni în limba Română a publicației EA-4/16 în scopul revânzării este interzisă.

CONȚINUT

- 1 **INTRODUCERE**
- 2 **DOMENIU DE APLICARE**
- 3 **DECLARAȚIA DE POLITICĂ**
- 4 **SCURT REZUMAT AL GUM**
- 5 **TUTORIAL AL MĂSURĂRII ȘI ÎNCERCĂRII CANTITATIVE**
 - 5.1 **Cerințe**
 - 5.2 **Dificultăți specifice la evaluarea incertitudinii în încercări**
- 6 **UTILIZAREA DATELOR DE VALIDARE ȘI DE PERFORMANȚĂ A METODEI PENTRU EVALUAREA INCERTITUDINII**
 - 6.1 **Surse de performanță a metodei și date de validare**
 - 6.2 **Date acumulate în timpul validării și verificării metodei de încercare înainte de aplicare în condițiile de încercare**
 - 6.3 **Studiul interlaboratoare a performanței metodelor de încercare în conformitate cu ISO 5725 sau echivalent**
 - 6.4 **Date de control al calității procesului de măsurare sau de încercare**
 - 6.5 **Date de încercare a capacității (proficiency testing)**
 - 6.6 **Semnificația contribuțiilor incertitudinii**
 - 6.7 **Utilizarea datelor studiilor anterioare**
- 7 **RAPORTAREA REZULTATELOR UNEI ÎNCERCĂRI CANTITATIVE**
- 8 **IMPLEMENTAREA PAS CU PAS A CONCEPTULUI DE INCERTITUDINE**
- 9 **AVANTAJELE EVALUĂRII INCERTITUDINII PENTRU LABORATOARELE DE ÎNCERCARE**
- 10 **REFERINȚE**
- 11 **BIBLIOGRAFIE**
- 12 **ANEXĂ**

1 INTRODUCERE

Ghidul pentru Exprimarea Incertitudinii în Măsurare (GUM) [1] este recunoscut de EA ca un document de bază privind incertitudinea de măsurare. Prin urmare, în general, pentru evaluarea incertitudinii de măsurare în orice domeniu de aplicare asociat cu activitatea EA este cerută consistența cu GUM pentru îndrumări specifice sau recomandări.

În general, GUM poate fi aplicat și în încercări, deși există diferențe semnificative între procedurile de măsurare și cele de încercare. Însăși natura anumitor proceduri de încercare poate face dificilă aplicarea strictă a GUM. În capitolul 6 este furnizată o îndrumare privind modul cum trebuie procedat în aceste cazuri.

Ori de câte ori este posibil, laboratoarelor acreditate de încercare li se cere ca, atunci când raportează incertitudinile asociate rezultatelor cantitative, să o facă în conformitate cu procedura GUM. O cerință de bază a GUM este să se utilizeze un model pentru evaluarea incertitudinii. Modelul trebuie să includă toate mărimile care pot contribui semnificativ la incertitudinea asociată rezultatului încercării. Cu toate acestea, există situații în care efortul cerut pentru dezvoltarea unui model detaliat nu este necesar. În asemenea cazuri, trebuie adoptate alte îndrumări identificate și alte metode bazate, de exemplu pe validare și utilizare a datelor de performanță a metodei.

Pentru a asigura că toți clienții beneficiază integral de serviciile laboratoarelor, laboratoarele acreditate de încercare și-au dezvoltat principii adecvate pentru colaborarea lor cu clienții. Clienții au dreptul să se aștepte că rapoartele de încercare, de fapt, sunt corecte, utile și acoperitoare. În funcție de situație, clienții sunt, de asemenea, interesați în caracteristici de calitate, în special

- siguranța rezultatelor și o declarație cantitativă a acestei siguranțe, adică incertitudine
- nivelul de încredere a unei declarații de conformitate despre produs care poate fi dedus din rezultatul de încercare și din incertitudinea extinsă asociată.

Alte însușiri de calitate, cum ar fi repetabilitatea, fidelitatea intermediară, reproducibilitatea, justețea, robustețea și selectivitatea sunt de asemenea importante pentru caracterizarea calității unei metode de încercare.

Acest document nu tratează aspectele utilizării incertitudinii pentru evaluarea conformității. În general, calitatea unui rezultat de încercare nu reflectă incertitudinea cea mai mică sau cea mai bună care se poate obține. În capitolul 2 este definit domeniul de aplicare a acestui îndrumar, iar în secțiunea 3 este prezentată o declarație de politică redactată împreună de EUROLAB, EURACHEM și EA. Capitolele 4, 5 și 6 sunt îndrumare practice. În capitolul 4 este furnizat un rezumat sumar al GUM. În capitolul 5 sunt prezentate în rezumat cerințele existente în ISO/IEC 17025 [7] și strategia pentru implementarea evaluării incertitudinii. De asemenea, sunt prezentate anumite dificultăți asociate cu evaluarea incertitudinii în încercare. În capitolul 6 este explicată utilizarea validării și a datelor de performanță a metodei pentru evaluarea incertitudinii în încercare. Cerințele EA privind raportarea rezultatului unei măsurări sunt prezentate în capitolul 7. O îndrumare privind etapele de implementare a incertitudinii în încercare este dată în capitolul 8. Beneficiile elaborării incertitudinii asociate valorilor obținute în încercările cantitative sunt indicate în capitolul 9.

2 DOMENIU DE APLICARE

Acest document este destinat să furnizeze îndrumare pentru evaluarea¹ incertitudinii în încercarea cantitativă. Oricare încercare ce implică determinarea unei valori numerice a măsurandului sau a unei caracteristici se numește încercare cantitativă. Pentru evaluarea incertitudinii în etalonare trebuie consultat documentul EA-4/02 [11].

3 DECLARAȚIA DE POLITICĂ

Extras din ILAC-G17:2002 "Introducerea Conceptului de incertitudine de măsurare în încercare în asociație cu aplicarea standardului ISO/IEC 17025" [15] :

1. *Declarația de incertitudine de măsurare trebuie să conțină suficiente informații pentru scopuri de comparație;*
2. *GUM și ISO/IEC 17025 formează documentele de bază, dar trebuie interpretări specifice unui anumit sector;*
3. *Actualmente se consideră doar incertitudine de măsurare în încercare cantitativă. Trebuie dezvoltată o strategie pentru tratarea rezultatelor obținute în încercarea calitativă;*
4. *Cerința de căpătâi trebuie să fie o estimare a incertitudinii totale sau identificarea componentelor majore urmată de o încercare de a estima mărimea lor și a incertitudinii compuse;*
5. *Punctul de plecare pentru estimarea incertitudinii de măsurare îl reprezintă utilizarea datelor experimentale existente (diagrame de control al calității, validare, încercări în cerc, PT, MRC, manuale etc.);*
6. *Atunci când se utilizează o metodă de încercare standardizată se întâlnesc trei situații:*
 - *dacă se utilizează o metodă de încercare standardizată ce conține îndrumare privind evaluarea incertitudinii, nu este de așteptat ca laboratoarele de încercare să facă mai mult decât să respecte procedura de evaluare a incertitudinii așa cum este ea prezentată în standard²;*
 - *dacă un standard indică o incertitudine tipică de măsurare pentru rezultatele încercării, laboratoarele li se permite să menționeze acest număr dacă pot demonstra corespondența totală cu metoda de încercare;*
 - *dacă un standard include implicit incertitudinea de măsurare în rezultatele încercării nu este necesară nici o acțiune ulterioară².*

Nu este de așteptat ca laboratoarele de încercare să facă mai mult decât să ia notă de, și să aplice informațiile legate de incertitudine date în standard, adică să menționeze cifrele corespunzătoare, sau să efectueze procedurile aplicabile pentru estimarea incertitudinii. Standardele care specifică metodele de încercare trebuie analizate în ceea ce privește estimarea și declararea incertitudinii rezultatelor încercării și revizuite corespunzător de către organizația de standardizare.

7. *Profunzimea cerută pentru estimările incertitudinii poate fi diferită în diversele domenii tehnice. Factorii care trebuie luați în considerare includ:*

- *bunul simț;*

¹ Termenul *evaluare* a fost utilizat cu preferință în locul celui *estimare*. Primul termen este mai general și este aplicabil pentru diferitele abordări ale incertitudinii. De asemenea, această alegere este făcută deoarece este consistentă cu vocabularul folosit în GUM.

² Laboratorul trebuie să demonstreze conformitatea deplină cu metodele încercării.

- influența incertitudinii de măsurare asupra rezultatului (oportunitatea determinării);
 - caracterul adecvat;
 - clasificarea gradului de rigoare în determinarea incertitudinii de măsurare.
8. În anumite cazuri poate fi suficient să se raporteze doar reproductibilitatea;
9. Atunci când estimarea incertitudinii de măsurare este limitată, orice raport de incertitudine trebuie să facă acest fapt clar;
10. Nu trebuie să se dezvolte noi îndrumare atunci când deja există altele utilizabile.

4 SCURT REZUMAT AL GUM

GUM – ul se bazează pe o teorie solidă, furnizează o evaluare a incertitudinii de măsurare consistentă și transferabilă și susține trasabilitatea metrologică. Următoarele paragrafe furnizează o sumară interpretare a ideilor și conceptelor de bază.

În GUM pot fi identificate trei nivele. Acestea sunt: concepte de bază, recomandări și proceduri de evaluare. Pentru consistență, se cere ca să fie acceptate conceptele de bază și să fie urmate recomandările. Procedura de bază de evaluare prezentată în GUM, legea de propagare a incertitudinii, se aplică modelelor liniare sau liniarizate (a se vedea mai departe). Ea trebuie aplicată ori de câte ori este posibil deoarece este ușor și direct de implementat. Cu toate acestea, în anumite cazuri, pot fi cerute metode mai avansate cum ar fi utilizarea extinderii de ordin mai mare a modelului sau propagării distribuțiilor de probabilitate.

Conceptele de bază la evaluarea incertitudinii sunt:

- în principiu, cunoașterea despre orice mărime care influențează măsurandul este incompletă și poate fi exprimată de o funcție de densitate de probabilitate (PDF) pentru valorile ce pot fi atribuite mărimii pe baza acestei cunoașteri;
- valoarea așteptată a acestei PDF este considerată ca cea mai bună estimare a valorii mărimii;
- abaterea standard experimentală a acestei PDF este luată ca incertitudine standard asociată acestei estimări
- PDF se bazează pe cunoștințe despre o mărime care pot fi deduse din
 - măsurări repetate — Evaluare de tip A
 - judecată științifică bazată pe toate informațiile disponibile privind variabilitatea posibilă a mărimii — Evaluare de tip B.

Acest document interpretează GUM așa cum el se bazează pe

- un model formulat astfel încât să ia în calcul relațiile dintre mărimile de intrare care influențează măsurandul;
- corecțiile incluse în model care iau în calcul efectele sistematice; cum ar fi corecțiile esențiale pentru atingerea trasabilității la referințe (de exemplu MRC, proceduri de măsurare, unități SI);
- raportarea rezultatului unei măsurări care specifică valoarea și o indicație cantitativă a calității aceluși rezultat;
- furnizarea, la cerere, a unui interval asociat rezultatului unei măsurări care este de așteptat să acopere o fracție largă a valorilor care ar putea, în mod rezonabil, să fie atribuite măsurandului. Acest interval, exprimat deseori în termenii unei incertitudini extinse, este o indicație cantitativă potrivită pentru calitatea rezultatului. Incertitudinea extinsă este deseori exprimată ca un multiplu de incertitudine

standard. Factorul de multiplicare este denumit factor de extindere k (a se vedea capitolul 7).

Procedura de evaluare constă în patru etape:

- Derivarea modelului de măsurare. Deoarece, în general, aceasta este cea mai dificilă parte a evaluării, se recomandă utilizarea unei diagrame cauză-efect care leagă mărimile de intrare de măsurand;
- Furnizarea unei funcții de densitate de probabilitate (PDF) pentru mărimile de intrare ale modelului, care dă informații referitoare la aceste mărimi. În multe cazuri, în practică, este necesar să specifice doar valoarea așteptată și abaterea standard a fiecărei PDF, adică cea mai bună estimăție a fiecărei mărimi și a incertitudinii standard asociată acestei estimății;
- Propagarea incertitudinii. Procedura de bază (legea propagării incertitudinii) poate fi aplicată modelelor liniare sau liniarizate, dar este supusă unor restricții. Un grup de lucru al Comitetului Reunit pentru Ghiduri în Metrologie (JCGM) pregătește o îndrumare pentru o metodă mai generală (propagarea PDF) care include legea de propagare a incertitudinii ca un caz special;
- Raportarea rezultatului complet a unei măsurări prin furnizarea celei mai bune estimății a valorii măsurandului, incertitudinea standard compusă asociată acestei estimății precum și o incertitudine extinsă (Capitolul 7).

GUM [1] furnizează îndrumare privind declararea unui rezultat complet de măsurare în secțiunea 7, denumită "Reportarea incertitudinii". Capitolul 7 din prezentul document urmărește recomandarea GUM și furnizează o îndrumare mai detaliată. De notat este faptul că documentul GUM permite utilizarea fie a incertitudinii standard compuse $u_c(y)$ sau a incertitudinii extinse $U(y)$, adică semilărgimea unui interval ce are un nivel declarat de încredere, ca o măsură a incertitudinii. Cu toate acestea, dacă se folosește incertitudinea extinsă, trebuie specificat factorul de acoperire k , care este egal cu valoarea lui $U(y)/u_c(y)$.

Pentru evaluarea incertitudinii asociate măsurandului Y este necesar doar să se cunoască

- modelul, $Y = f(X_1, \dots, X_N)$,
- cele mai bune estimății x_i ale tuturor mărimilor de intrare X_i și
- incertitudinile $u(x_i)$ și coeficienții de corelație $r(x_i, x_j)$ asociați cu x_i și, respectiv, cu x_i și x_j .

Cea mai bună estimăție x_i este valoarea așteptată a PDF pentru X_i , $u(x_i)$ este abaterea standard experimentală a acestei PDF și $r(x_i, x_j)$ este raportul dintre covarianța dintre x_i și x_j și produsul abaterilor standard experimentale.

Pentru a afirma incertitudinea standard compusă $u_c(y)$ asociată rezultatului măsurării y , nu este cerută o cunoaștere ulterioară a PDF. Pentru a specifica semilărgimea intervalului care are un nivel declarat de încredere, adică o incertitudine extinsă, este necesar să se cunoască PDF. Acest fapt necesită mai multe cunoștințe deoarece cei doi parametri, valoarea așteptată și abaterea standard nu caracterizează complet o PDF cu excepția cazului în care funcția este Gaussiană.

Capitolul 7 furnizează îndrumare pentru obținerea incertitudinii extinse în acele cazuri în care PDF nu este presupus Gaussiană pentru măsurandul Y .

5 TUTORIAL AL MĂSURĂRII ȘI ÎNCERCĂRII CANTITATIVE

5.1 Cerințe

În principiu, standardul ISO/IEC 17025 nu include noi cerințe privind incertitudinea de măsurare dar tratează acest subiect mai în detaliu decât versiunea anterioară a acestui standard:

“5.4.6 Estimarea incertitudinii de măsurare

5.4.6.1 *Un laborator de etalonare sau un laborator de încercare care efectuează propriile etalonări trebuie să posede și să aplice proceduri de estimare a incertitudinii de măsurare pentru toate etalonările și tipurile de etalonări.*

5.4.6.2 Laboratoarele de încercări trebuie să aibă și să aplice proceduri pentru estimarea incertitudinii de măsurare. În anumite cazuri, natura metodelor de încercare poate să nu permită un calcul riguros, valid metrologic și statistic al incertitudinii de măsurare. În asemenea cazuri, laboratorul trebuie cel puțin să încerce să identifice toate componentele de incertitudine și să facă o estimare rezonabilă și trebuie să se asigure că forma de raportare a rezultatelor nu va furniza un indiciu greșit cu privire la incertitudine. Estimația rezonabilă trebuie să se bazeze pe cunoașterea performanței metodei și a domeniului de măsurare și să utilizeze, de exemplu, experiența și datele de validare anterioare.

NOTA 1 Rigoarea necesară într-o estimare de incertitudine de măsurare depinde de factori cum ar fi:

- cerințele metodei de încercat;
- cerințele clientului;
- existența unor limite înguste pe care se bazează deciziile de conformitate cu o specificație.

NOTA 2 În acele cazuri în care o metodă de încercat bine cunoscută specifică limite ale valorilor surselor majore de incertitudine de măsurare și forma de prezentare a rezultatelor calculate, se consideră că laboratorul satisface această clauză prin respectarea metodei de încercare și instrucțiunilor de raportare (a se vedea 5.10).

5.4.6.3 *Când se estimează incertitudinea de măsurare, toate componentele care sunt importante în situația dată trebuie să fie luate în considerare utilizând cea mai adecvată metodă de analiză.*

NOTA 1 Sursele care contribuie la incertitudine includ, fără a se limita în mod necesar la, etaloane de referință și materiale de referință folosite, metode și echipamente utilizate, condiții de mediu, proprietăți și condiții ale obiectului supus încercării sau etalonării, precum și operator.

NOTA 2 Comportarea pe termen lung prevăzută pentru obiectului supus încercării și/sau etalonării nu este, în mod normal, luată în considerare atunci când se estimează incertitudinea de măsurare.

NOTA 3 Pentru informații suplimentare a se vedea ISO 5725 și Ghidul privind Exprimarea Incertitudinii în Măsurare (a se vedea bibliografia).”

5.2 Dificultăți specifice la evaluarea incertitudinii în încercări

Termenii “rezultat de încercare” și “rezultat de măsurare” corespund pentru două concepte bine definite. În metrologie este folosit termenul “măsurand” așa cum el este definit în VIM [2, clauza 2.6], iar în încercare este preferat termenul “caracteristică” așa cum este definit în ISO 3534-2 [6].

<p>Măsurand (VIM 2.6) Mărime particulară supusă măsurării</p> <p>Mărime (măsurabilă) (VIM 1.1) Atribut sau fenomen, corp sau substanță care poate fi distinsă calitativ și determinată cantitativ</p>	<p>Caracteristică (ISO 3534) O proprietate care ajută să se diferențieze indivizii unei populații date</p>
---	---

Diferența dintre terminologia folosită în activitățile de “măsurare” și de “încercare” vor fi mai clar remarcate prin compararea definițiilor celor două operații:

<p>Măsurare (VIM 2.1) Set de operații având ca scop determinarea unei valori a mărimii</p>	<p>Încercare (Ghidul ISO/IEC 2 [3]) Operație tehnică care constă în determinarea uneia sau mai multor caracteristici ale unui produs dat, proces sau serviciu în conformitate cu o procedură specificată</p>
---	---

Prin urmare, un măsurand, așa cum este definit în VIM, reprezintă un caz particular a unei caracteristici așa cum este definită în ISO 3535, în sensul că o caracteristică bine definită poate fi privită ca un măsurand. În particular, o caracteristică cantitativă este o ‘mărime’ în definiția VIM, și, pe parcursul unei încercări, valoarea acestei mărimi va fi determinată prin măsurare. Prin urmare, este de așteptat ca proprietățile rezultatelor măsurărilor și ale rezultatelor încercărilor cantitative să fie identice. Mai departe, în ambele cazuri este esențială o definiție corespunzătoare a măsurandului sau a caracteristicii. Aici, “corespunzător” înseamnă suficient de detaliată și legată de procesul de măsurare sau încercare și, uneori, legată de asemenea și de utilizarea ulterioare a rezultatului.

Cu toate acestea, există diferențe importante în practica măsurării (așa cum este văzută diferența în etalonare și în încercare), și acestea afectează practica de evaluare a incertitudinii:

Tipic, un *proces de măsurare* conduce la un rezultat care, în principiu, este independent de metoda de măsurare fără a socoti diferite incertitudini asociate cu diferite metode. De exemplu, este de așteptat ca valorile de temperatură indicate de un termometru cu mercur și de un termometru cu rezistență din platină să fie similare (până la o limită dictată de incertitudinile lor asociate), dar incertitudinea asociată primei valoare va fi mult mai mare decât cea asociată ultimei.

Tipic, un *rezultat de încercare* depinde de metoda și de procedura specifică folosită pentru a determina caracteristica, uneori chiar puternic dependentă. În general,

diferite metode de încercare pot conduce la diferite rezultate, deoarece o caracteristică nu este în mod necesar un măsurand bine definit.

În *procedurile de măsurare*, condițiile de mediu și de operare vor fi fie menținute la valori standardizate sau vor fi măsurate pentru a aplica factori de corecție și pentru a exprima rezultatul în termeni de condiții standardizate. De exemplu, în măsurările dimensionale vor fi măsurate temperaturile pieselor pentru a corecta rezultatul pentru efectele dilatării termice, iar la măsurarea debitului de gaz, presiunea și temperatura vor fi fie menținute la valori specificate sau măsurate și vor fi folosite ca bază pentru corecție.

Metodele de încercare sunt deseori determinate prin convenții. Aceste convenții reflectă diferite preocupări sau scopuri:

- încercarea trebuie să fie reprezentativă pentru condițiile reale de utilizare a produsului;
- condițiile de încercare sunt deseori un compromis între condițiile extreme de utilizare;
- condițiile de încercare trebuie să fie ușor reproductibile într-un laborator;
- condițiile de încercare individuale trebuie să controleze variabilitatea în rezultatul încercării.

Pentru a atinge ultimul scop, pentru condițiile relevante sunt definite o valoare nominală și o toleranță. Deseori este specificată temperatura la care se face încercarea, de exemplu $38.0\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$. Cu toate acestea, nu pot fi controlate toate condițiile. Lipsa cunoștințelor introduce variabilitate rezultatelor. O caracteristică de dorit a metodei de încercare este de a controla această variabilitate.

Pentru încercări se folosește un indicator (cum ar fi o mărime fizică) pentru a exprima rezultatele încercării. De exemplu, deseori, este folosit timpul de aprindere ca un indicator pentru încercarea de ardere. Incertitudinea asociată măsurării timpului de aprindere se adaugă la variabilitatea rezultatelor încercării. Totuși, aceasta contribuție la variabilitate este în general redusă, față de contribuțiile inerente în metoda de încercare și condițiile necontrolate, deși acest aspect trebuie să fie confirmat.

Laboratoarele de încercare trebuie să examineze în amănunt toate elementele metodei de încercare și condițiile care predomină în timpul aplicării sale pentru a evalua incertitudinea asociată rezultatului încercării.

În principiu, se poate stabili modelul matematic care descrie procedura de încercare, așa cum este propus în GUM. Totuși, derivarea modelului poate să nu fie fezabilă din motive economice sau de altă natură. În aceste cazuri pot fi folosite abordări alternative. În anumite cazuri particulare, sursa majoră de variabilitate poate fi deseori evaluată prin studii interlaboratoare așa cum este precizat în ISO 5725 [8], care furnizează estimatele de repetabilitate, reproductibilitate și (uneori) eroarea de justete a metodei.

În ciuda diferențelor în terminologia de mai sus, pentru scopul acestui document, un rezultat de încercare cantitativă este considerat a fi un rezultat de măsurare în

sensul folosit în GUM. Distincția importantă este aceea că în încercare este puțin probabil să fie disponibil modelul matematic acoperitor care descrie toate efectele asupra măsurandului. Prin urmare, evaluarea incertitudinii în încercare poate cere folosirea validării și a studiilor de performanță a metodei, așa cum este descris în secțiunea 6.

6 UTILIZAREA DATELOR DE VALIDARE ȘI DE PERFORMANȚĂ A METODEI PENTRU EVALUAREA INCERTITUDINII

6.1 Surse de performanță a metodei și date de validare

Caracteristicile de performanță observate pentru metodele de încercare sunt deseori esențiale pentru evaluarea incertitudinii asociate rezultatelor (Capitolul 4). Acest fapt este în special adevărat atunci când rezultatele sunt supuse unor efecte importante și imprevizibile, care, în cel mai bun caz, pot fi considerate ca efecte aleatorii, sau când dezvoltarea unui model matematic acoperitor nu este practică. Datele de performanță a metodei includ frecvent efectele simultane a mai multor surse de incertitudine și utilizarea lor poate simplifica considerabil procesul de evaluare a incertitudinii. Tipic, informațiile privind performanță metodei de încercare se obțin din

- datele acumulate în timpul validării și verificării unei metode de încercare anterior aplicării sale în mediul încercării;
- studii interlaboratoare, conform ISO 5725;
- date acumulate din controlul calității (adică, eșantion de verificare);
- scheme de încercare a capacității așa cum este descris în EA-3/04 [10].

Acest capitol furnizează un îndrumar privind aplicarea datelor din fiecare din aceste surse.

6.2 Date acumulate în timpul validării și verificării metodei de încercare înainte de aplicare în condițiile de încercare

6.2.1 În practică, adecvarea metodelor de încercare aplicate pentru încercarea de rutină este verificată prin intermediul validării metodei și a studiilor de verificare. Datele astfel acumulate pot alimenta evaluarea incertitudinii pentru metode de încercare. Tipic, prin studiile de validare pentru metodele cantitative de încercare se determină unii sau toți dintre parametrii următori:

Fidelitate. Din studiile din interiorul unui laborator se va obține fidelitatea în condiții de repetabilitate și în condiții intermediare, în mod ideal pe o perioadă de timp și pentru diferiți operatori și tipuri de obiecte de încercat. Fidelitatea observată a procedurii de încercare este o componentă esențială a incertitudinii totale, fie că este determinată de o compunere de varianțe individuale sau de un studiu a metodei complete în operare.

Deplasare. Deplasarea unei metode de încercare se determină uzual prin studierea de materiale de referință relevante sau de eșantioane de încercare. Tipic, scopul este de a identifica și elimina deplasarea semnificativă. În general, incertitudinea asociată cu determinarea deplasării este o componentă importantă a incertitudinii totale.

Liniaritate. Liniaritatea este o proprietate importantă a metodelor folosite pentru a efectua măsurări pe un domeniu de valori. Corecția pentru ne-liniaritatea semnificativă este deseori realizată prin folosirea de funcții de etalonare ne-liniare. Alternativ, efectul este evitat prin alegerea unui domeniu de operare restrâns. În mod normal, orice abateri de la liniaritate sunt suficient de bine luate în considerare prin utilizarea datelor de fidelitate totală. Dacă aceste abateri sunt neglijabile comparativ cu incertitudinile asociate cu etalonarea, nu este cerută suplimentar evaluarea incertitudinii.

Capabilitate de detecție. Poate fi stabilită cea mai joasă limită de operare a unei metode de încercare. Valoarea obținută nu este direct relevantă pentru evaluarea incertitudinii. Incertitudinea în domeniul sau în apropierea acestei limite joase este de așteptat să fie semnificativă comparativ cu valoarea rezultatului, ceea ce conduce la dificultăți practice în evaluarea și raportarea incertitudinii. Corespunzător, sunt recomandate referințe [13] pentru tratarea și raportarea rezultatelor în acest domeniu.

Selectivitate și specificitate. Acești termeni se leagă de abilitatea unei metode de încercare de a răspunde adecvat măsurandului în prezența influențelor interferente și sunt importanți în special pentru încercarea chimică. Cu toate acestea, ei sunt concepte calitative și nu furnizează direct o informație de incertitudine, deși, în principiu, influența interferențelor poate fi utilizată pentru evaluarea incertitudinii [12].

Robustețe sau puterea. Multe dezvoltări de metode sau protocoale de validare cer investigarea directă a sensibilității pentru un anumit parametru. Prin urmare, datele de robustețe pot furniza informații asupra efectelor parametrilor relevanți și sunt importante, în particular, pentru a stabili cât de semnificativ este un efect dat [13].

6.2.2 Studiile experimentale de performanță a metodei trebuie conduse cu atenție. În particular:

- *Reprezentativitatea* este esențială: pe cât posibil, studiile trebuie conduse pentru a permite o urmărire realistă a numărului și domeniului de efecte care se manifestă în timpul folosirii normale a metodei, precum și pentru acoperirea domeniului de valori și tipuri de eșantioane specifice scopului metodei. În acest context, în mod special sunt potrivite estimările fidelității care acoperă o largă varietate de surse de variații.
- Atunci când se suspectează faptul că factorii interacționează, trebuie luat în considerare efectul interacțiunii. Acesta poate fi realizat fie prin asigurarea selecției aleatorii la diferite nivele de parametri care interacționează, sau prin proiectare sistematică atentă pentru a obține atât informații despre varianță cât și despre covarianță.
- La efectuarea studiilor de deplasare totală, este important ca materialele de referință și valorile lor să fie relevante materialelor în încercarea de rutină.

Prin urmare, un proiect experimental atent este neprețuit pentru asigurarea că toți factorii relevanți sunt considerați la timp și evaluați corespunzător.

6.2.3 Principiile generale de aplicare a validării și datelor de performanță pentru evaluarea incertitudinii sunt similare celor aplicabile la utilizarea datelor de performanță (de mai sus).

Cu toate acestea, este probabil ca datele de performanță disponibile să acopere adecvat mai puține contribuții. În mod corespunzător, vor fi cerute estimări ulterioare suplimentare. O procedură tipică este:

- Se întocmește o lista cu surse relevante de incertitudine. Uzual, este convenabil să se includă orice mărime măsurată constant în timpul unei încercări, și să se adauge termenii de fidelitate corespunzători pentru a lua în considerare variabilitatea măsurărilor individuale sau a metodei de încercare ca un întreg. O diagramă [13] cauză și efect este o modalitate foarte convenabilă de a rezuma sursele de incertitudine și de a arăta cum acestea se leagă unele de altele, precum și de a indica influența lor asupra incertitudinii asociate rezultatului;
- Se asamblează datele disponibile de etalonare și performanță a metodei;
- Se verifică pentru a se vedea care sursă de incertitudine este adecvat socotită din datele disponibile. În general, nu este necesar să se obțină separat efectele tuturor contribuțiilor; atunci când mai multe efecte contribuie la o valoare de performanță totală, toate aceste efecte pot fi considerate pentru a fi luate în calcul. De aceea, datele de fidelitate care acoperă o largă varietate de surse de variație sunt în special folositoare deoarece, în mod frecvent, cuprind multe efecte simultan (dar trebuie să se observe că, în general datele de fidelitate singure sunt insuficiente dacă nu s-a considerat și demonstrat că toți ceilalți factori sunt neglijabili);
- Pentru oricare altă sursă de incertitudine ce nu este acoperită adecvat de datele existente, fie se caută informații suplimentare din literatură sau din date existente (certificate, specificațiile echipamentului etc.) sau, se planifică experimente pentru a obține datele cerute suplimentar.

6.3 Studii Interlaboratoare de performanță a metodelor de încercare în conformitate cu ISO 5725 sau echivalent

6.3.1 Studiile interlaboratoare în conformitate cu ISO 5725 furnizează în mod tipic abaterea standard experimentală de repetabilitate s_r și abaterea standard experimentală de reproductibilitate s_R (ambele definite în ISO 3534-1 [5]) și, de asemenea, pot să furnizeze o estimatie a justeții (măsurată ca deplasare în raport cu o valoare cunoscută de referință). Aplicarea acestor date la evaluarea incertitudinii în încercare este discutată în detaliu în ISO TS 21748 [9]. Principiile generale sunt:

- i) Stabilirea relevanței datelor de performanță a metodei pentru rezultatele de măsurare obținute într-un anumit proces de măsurare. Capitolul 6.2 a acestui document oferă detalii privind măsurile cerute.
- ii) Stabilirea relevanței datelor de performanță a metodei pentru obiectul de încercat prin identificarea diferențelor în tratarea eșantionului, prelevare, sau nivelul așteptat de răspuns pentru obiectul de încercat în laborator și acele obiecte de încercat examinate într-un studiu colaborativ. Poate fi necesară o ajustare a abaterii standard experimentale de reproductibilitate pentru a lua în considerare de exemplu modificările în fidelitate cu nivelele de răspuns.
- iii) Identificarea și evaluarea unei incertitudini suplimentare asociată factorilor care nu au fost adecvat acoperiți de studiul interlaboratoare (a se vedea 6.3.2).
- iv) Utilizarea principiilor GUM de a compune toate contribuțiile semnificative la incertitudine, incluzând abaterea standard experimentală de reproductibilitate (ajustată dacă este necesar), incertitudinea asociată componentei de deplasare a laboratorului pentru metoda de încercare și incertitudinile care rezultă din efectele suplimentare identificate în iii).

Aceste principii sunt aplicabile metodelor de încercare care au fost supuse studiului interlaboratoare. În aceste cazuri, se recomandă să se facă referire la ISO TS 21748 pentru detalii ale procedurii relevante. De asemenea, Ghidul EURACHEM/CITAC [12] furnizează îndrumare privind aplicarea datelor din studiu interlaboratoare în încercarea chimică.

6.3.2 Surse suplimentare (6.3.1 iii) care pot necesita o considerare particulară sunt:

- Eșantionarea. Rar, studiile colaborative includ o etapă de eșantionare. Dacă metoda folosită in-house implică sub-eșantionarea, sau măsurandul este o proprietate majoritară a unui eșantion mic, trebuie investigate efectele eșantionării și incluse.
- Pre-tratarea. În majoritatea studiilor eșantioanele sunt omogenizate și pot fi stabilizate suplimentar înainte de distribuire. Ar putea fi necesar să se investigheze și să se adauge efectele procedurilor particulare de pre-tratare aplicate in-house.
- Deplasarea metodei. Frecvent, deplasarea metodei este examinată anterior sau în timpul studiului interlaboratoare prin comparare, unde este posibil, cu metode sau materiale de referință. Când deplasarea însăși, incertitudinile standard asociate cu valorile de referință folosite și incertitudinea standard asociată deplasării estimate sunt toate mici comparativ cu abaterea standard experimentală de reproductibilitate nu este necesar să se facă nici o considerație suplimentară pentru incertitudinea asociată deplasării metodei. În caz contrar, va fi necesar să se facă asemenea considerație.
- Variația în condiții. Laboratoarele participante într-un studiu pot avea tendința să dirijeze rezultatele lor în raport cu mediile domeniilor de condiții experimentale, ceea ce conduce la subestimarea domeniilor de rezultate posibile în interiorul definiției metodei. Atunci când trebuie să se investigheze asemenea efecte și se dovedesc ne semnificative de-a lungul întregului domeniu permis nu se cere considerație ulterioară.
- Modificări în tipul de eșantion. Incertitudinea care rezultă din eșantioane cu proprietăți în afara domeniului acoperit de studiu trebuie să fie luată în considerare.

6.4 Date de control al calității procesului de măsurare sau de încercare

6.4.1 Multe procese de măsurare sau de încercare sunt supuse verificărilor de control bazate pe măsurarea periodică a unui obiect de încercat stabil, tipic pentru a identifica abateri semnificative de la operarea normală. Datele obținute în acest mod pe o perioadă lungă de timp furnizează o sursă valoroasă de date pentru evaluarea incertitudinii. Abaterea standard experimentală a acestui set de date furnizează o estimare compusă a variabilității care rezultă din multe surse potențiale de variație. Prin urmare, dacă este aplicată în același mod ca și datele de performanță a metodei (mai sus), abaterea standard experimentală furnizează baza pentru o evaluare de incertitudine care ia în calcul imediat majoritatea variabilității, care, altfel, ar necesita o evaluare din efecte separate.

6.4.2 În general, datele de control al calității (QC) de acest fel nu includ sub-eșantionarea, efectul diferenței dintre obiectele de încercat, efectele modificărilor în nivelul de răspuns sau ne-omogenitatea obiectelor de încercat. Corespunzător, datele de QC trebuie să fie aplicate cu precauție materialelor similare, și să fie considerate efectele suplimentare care ar putea fi aplicate rezonabil.

6.4.3 În mod normal, punctele din datele de QC care conduc la ne-acceptarea rezultatelor de măsurare și de încercare și la acțiuni corective trebuie să fie eliminate din setul de date înainte de calcularea abaterii standard experimentale.

6.5 Date de încercare a capabilității

6.5.1 Încercările de capabilitate sunt destinate pentru a verifica periodic performanța totală a laboratorului, și sunt cel mai bine utilizate în acest scop (EA-3/04 [10] și referințele citate înăuntru). Corespunzător, rezultatele obținute de un laborator în urma participării sale în încercări de capabilitate pot fi folosite pentru a verifica incertitudinea evaluată, deoarece acea incertitudine trebuie să fie compatibilă cu împrăștierea rezultatelor obținute de acel laborator de-a lungul unui număr de runde de încercări de capabilitate.

6.5.2 În general, încercările de capabilitate nu sunt efectuate suficient de frecvent pentru a furniza estimări bune de performanță a implementării unei metode de încercare într-un laborator individual. Suplimentar, natura obiectelor de încercat circulante va varia, așa cum va varia și rezultatul așteptat. Astfel, este dificil să se acumuleze date reprezentative pentru obiecte de încercat bine caracterizate. Mai mult, numeroase scheme folosesc valori de consens pentru a evalua performanța laboratorului, care, ocazional conduc la rezultate aparent anormale pentru laboratoare individuale. Corespunzător, folosirea lor pentru evaluarea incertitudinii este limitată. Cu toate acestea, în cazul special în care

- tipurile de obiecte de încercat folosite în schemă sunt corespunzătoare tipurilor uzual încercate (rutină);
- valorile atribuite în fiecare rundă sunt trasabile la valori de referință corespunzătoare, și
- incertitudinea asociată valorii atribuite este mică comparativ cu împrăștierea observată a rezultatelor,

dispersia diferențelor dintre valorile raportate și valorile atribuite obținute în runde repetate furnizează o bază pentru o evaluare de incertitudine care rezultă din acele părți ale procedurii de măsurare în interiorul scopului schemei.

6.5.3 De asemenea, trebuie luată în considerare abaterea sistematică de la valori atribuite trasabil precum și de la oricare alte surse de incertitudine (cum ar fi cele observate în legătură cu folosirea datelor din studii interlaboratoare obținute în conformitate cu ISO 5725).

6.5.4 Este recunoscut faptul că abordarea de mai sus este relativ limitată. Recent, îndrumarea din EUROLAB [14] sugerează că, în anumite situații, datele de încercare a capabilității pot avea o aplicabilitate mai largă în furnizarea unei estimări preliminare de incertitudine.

6.6 Semnificația contribuțiilor incertitudinii

6.6.1 Nu toate sursele de incertitudine identificate cu ocazia evaluării incertitudinii contribuie semnificativ la incertitudinea compusă; într-adevăr, în practică este de așteptat ca doar o mică parte din ele vor contribui. În mod clar, acestea trebuie studiate cu atenție pentru a obține estimări ale contribuțiilor lor pe care să te poți baza. Prin urmare, trebuie să se facă o estimare preliminară a contribuției fiecărei

component sau a combinației de componente ale incertitudinii, dacă este necesar chiar pe baza judecății, și să se acorde atenție aceluia care sunt cele mai semnificative.

6.6.2 Atunci când trebuie să se decidă dacă o contribuție de incertitudine poate fi neglijată, este important să se considere:

- Dimensiunile relative ale celor mai mari și mai mici contribuții. De exemplu, o componentă ce reprezintă o cincime din cea mai mare contribuție va contribui cu maxim 2% din incertitudinea standard compusă;
- Efectul asupra incertitudinii raportate. Este imprudent să se facă aproximații care afectează în mod vital incertitudinea raportată sau interpretarea rezultatului;
- Rigoarea justificată pentru evaluarea incertitudinii, luând în considerare clientul și reglementările precum și alte cerințe externe identificate de exemplu în timpul analizei contractului.

6.7 Utilizarea datelor studiilor anterioare

Pentru a folosi rezultatele studiilor anterioare ale metodei pentru a evalua incertitudinea, este necesar să se demonstreze validitatea aplicării rezultatelor studiilor anterioare. Tipic, aceasta va consta din:

- Demonstrarea faptului că poate fi atinsă o fidelitate comparabilă cu cea obținută anterior;
- Demonstrarea faptului că folosirea datelor de deplasare obținute anterior este justificată, tipic prin determinarea deplasării pe materiale de referință relevante (a se vedea, de exemplu, ISO Guide 33 [4]), prin performanțe satisfăcătoare în cadrul unor scheme relevante de capacitate, sau alte comparații interlaboratoare;
- Performanța continuă în interiorul controlului statistic, ilustrată prin rezultate pe eșantioane regulate de QC și implementarea procedurilor de asigurare a calității analitice efective.

Când sunt îndeplinite condițiile de mai sus și metoda este operată în scopul și pe domeniul său de aplicare, în mod normal este acceptabil să se aplice datele din studii anterioare (incluzând studii de validare) direct în evaluările de incertitudine din laborator în discuție.

Pentru metodele care operează în scopul definit, atunci când etapa de reconciliere arată că toate sursele identificate au fost incluse în studiul de validare sau când s-a dovedit că toate contribuțiile din oricare sursă rămasă sunt neglijabile, abaterea standard experimentală de reproductibilitate s_R poate fi utilizată drept incertitudine standard compusă.

Dacă există alte surse semnificative de incertitudine care nu sunt incluse în studiul de validare, contribuția lor este evaluată separat și este compusă cu s_R pentru a obține incertitudinea totală.

7 RAPORTAREA REZULTATELOR UNEI ÎNCERCĂRI CANTITATIVE

O încercare cantitativă conduce întotdeauna la o valoare, care este preferabil să fie exprimată în unități SI. Dacă se raportează de asemenea și o incertitudine asociată, îndrumarea din acest capitol trebuie urmată (a se vedea ISO/IEC 17025 [7]).

7.1 O dată ce a fost calculată incertitudinea extinsă pentru un nivel de încredere specificat (tipic 95%), rezultatul încercării y și incertitudinea extinsă U trebuie raportate ca $y \pm U$ și trebuie însoțite de o declarație privind nivelul de încredere. Această declarație va depinde de natura distribuției de probabilitate; mai jos sunt prezentate câteva exemple.

Toate clauzele de mai jos care se leagă de un nivel de încredere de 95% necesită a fi modificate dacă se cere un alt nivel de încredere.

7.1.1 Distribuția normală

În general, este sigur să se presupună o distribuție normală din punctul de vedere al furnizării unui interval de acoperire la nivelul de încredere de 95% când modelul este linear pentru mărimile de intrare și se aplică una din următoarele trei posibilități:

1. Există o singură contribuție dominantă pentru incertitudine, care rezultă dintr-o distribuție normală, și gradele corespunzătoare de libertate sunt mai mari de 30.
2. Trei din cele mai mari contribuții de incertitudine sunt de dimensiune comparabilă.
3. Trei din cele mai mari contribuții de incertitudine sunt de dimensiune comparabilă, și gradele de libertate³ efective sunt mai mari de 30.

În aceste situații se poate face următoarea declarație:

Incertitudinea extinsă raportată este bazată pe o incertitudine standard compusă multiplicată cu un factor de extindere $k = 2$, care pentru o distribuție normală furnizează un nivel de încredere de aproximativ 95%.

Notă: Normalitatea NU trebuie presupusă dacă modelul măsurării este semnificativ non-linear în regiunea de interes, în special dacă incertitudinile valorilor de intrare sunt mari comparativ cu valorile de intrare însele. În aceste situații, este necesară referirea la texte mai avansate, de exemplu GUM.

7.1.2 Distribuția - t

Distribuția- t poate fi presupusă dacă se aplică condițiile pentru normalitate (de mai sus) dar gradele de libertate sunt mai mici de 30. În aceste condiții se poate face următoarea declarație (în care valorile numerice corespunzătoare sunt substituite cu XX și YY):

Incertitudine extinsă raportată se bazează pe o incertitudine standard multiplicată cu un factor de acoperire $k = XX$, care pentru o distribuție- t cu $v_{\text{eff}} = YY$ grade de libertate efective furnizează un nivel de încredere de aproximativ 95%.

³ Gradele de libertate efective pot fi estimate prin una din următoarele:

- considerarea gradelor de libertate pentru o contribuție singulară dominantă;
- folosirea formulei Welch-Satterthwaite dată în GUM și în EA-4/02;
- (aproximativ) prin luarea numărului de grade de libertate de la cea mai mare contribuție.

7.1.3 Contribuții dominante (non-normale) într-o evaluare de incertitudine de Tip B

Dacă incertitudinea asociată rezultatului măsurării este dominată de o contribuție care rezultă dintr-o mărime de intrare care este non-normală și acea contribuție este așa de mare încât distribuția normală sau t nu se obține când mărimea este convoluată cu mărimile de intrare rămase, trebuie să se acorde o atenție specială pentru a se obține un factor de acoperire de aproximativ 95%.

Pentru un model aditiv, adică măsurandul poate fi exprimat ca o combinație liniară de mărimi de intrare, PDF pentru măsurand poate fi obținută prin convoluție, adică prin propagarea PDF pentru mărimile de intrare. Chiar în acest caz, și aproape întotdeauna când modelul este non-linear, matematica necesară poate fi dificilă. O abordare practică este aceea de a presupun că distribuția rezultată va fi puțin diferită în formă decât cea a componentei dominante.

În multe cazuri va fi atribuită o distribuție dreptunghiulară unei mărimi de intrare dominante non-normale. În acest caz, măsurandului i se poate atribui o distribuție dreptunghiulară. O incertitudine extinsă la nivelul de încredere 95% poate fi obținută prin multiplicarea incertitudinii standard compuse cu $0.95\sqrt{3} = 1.65$. În aceste condiții se poate face următoarea declarație:

Incertitudinea extinsă raportată este dominată de o singură componentă de incertitudine pentru care s-a presupus o distribuție de probabilitate dreptunghiulară. Prin urmare, s-a folosit un factor de extindere 1.65 (= $0.95\sqrt{3}$) pentru a furniza un nivel de încredere de aproximativ 95%.

7.2 Pentru obiectivele acestui document termenul *aproximativ* este interpretat ca având înțelesul *folositor* sau *pentru scopurile cele mai practice*.

7.3 De asemenea, trebuie făcută referire la metoda prin care s-au evaluat incertitudinile.

7.4 În anumite situații de încercare poate să nu fie posibil să se evalueze valori numerice metrologic fundamentate pentru fiecare componentă de incertitudine; în asemenea situații, mijloacele de raportare trebuie să exprime clar acest fapt. De exemplu, dacă incertitudinea se bazează doar pe repetabilitate, fără a se considera alți factori, atunci trebuie declarat acest fapt.

7.5 Cu excepția situației în care incertitudinea de eșantionare a fost în întregime luată în considerare, trebuie de asemenea specificat clar că rezultatul și incertitudinea asociată se aplică doar eșantionului încercat și nu se aplică oricărui lot din care s-ar fi putut lua eșantionul.

7.6 Numărul de cifre semnificative într-o incertitudine raportată trebuie întotdeauna să reflecte capabilitatea practică de măsurare. Din perspectiva procesului de evaluare a incertitudinilor, este rareori justificat să se raporteze mai mult de două cifre semnificative. Deseori o singură cifră semnificativă este potrivită. Similar, valoarea numerică a rezultatului trebuie rotunjită astfel încât ultima cifră semnificativă să corespundă cu ultima cifră a incertitudinii. În ambele cazuri pot fi aplicate regulile normale de rotunjire.

De exemplu, dacă se obține un rezultat de 123,456 unități și o incertitudine evaluată de 2,27 unități, utilizarea a două cifre semnificative ar conduce la valorile rotunjite 123,5 unități ± 2,3 unități.

7.7 Uzual, rezultatul încercării poate fi exprimat ca $y \pm U$. Cu toate acestea, pot exista situații în care limitele superioară și inferioară sunt diferite; de exemplu dacă sunt implicate erori cosinus. Dacă asemenea diferențe sunt mici, atunci cea mai practică abordare este să se raporteze incertitudinea extinsă ca ± din cea mai mare dintre cele două. Totuși, dacă este o diferență semnificativă între valorile superioară și inferioară ele trebuie evaluate și raportate separat. Acest lucru poate fi realizat, de exemplu, prin determinarea celui mai mic interval de acoperire la nivelul dorit de încredere în PDF pentru măsurand.

De exemplu, pentru o incertitudine de +6.5 unități și -6.7 unități, ar putea fi declarat simplu ± 6.7 unități pentru scopuri practice. Totuși, dacă valorile au fost +6.5 unități și -9.8 unități, atunci ele trebuie separate, de exemplu +6.5 unități; -9.8 unități.

8 IMPLEMENTAREA PAS CU PAS A CONCEPTULUI DE INCERTITUDINE

Este recunoscut faptul că, în general, cunoașterea modelului matematic și determinarea diverșilor factori de influență este diferită în diferite domenii de încercare.

Acest aspect trebuie luat în considerare atunci când se implementează ISO/IEC 17025. În general, nu se poate aștepta ca laboratoarele să inițieze cercetări științifice pentru a evalua incertitudinile asociate cu măsurările și încercările. Cerințele respective a organismelor de acreditare trebuie să fie adaptate în conformitate cu stadiul curent de cunoștințe în domeniul respectiv de încercare.

Dacă nu este disponibil un model matematic ca o bază pentru evaluarea incertitudinii de măsurare, laboratoarele pot

- să listeze acele mărimi și parametri care este de așteptat să aibă influență semnificativă asupra incertitudinii și să estimeze contribuția lor în incertitudine totală;
- să utilizeze datele privind repetabilitatea sau reproductibilitatea care ar putea fi disponibile din validare, asigurarea calității interne sau din comparații interlaboratoare;
- să se refere la datele sau procedurile date în standarde relevante de încercare;
- să combine abordările menționate mai sus.

Laboratoarele trebuie, după caz, să tindă să perfecționeze evaluările lor de incertitudine, luând în considerare de exemplu

- datele recente din asigurarea internă a calității pentru a lărgi bazele statistice pentru evaluarea incertitudinii;
- datele recente de la participarea comparațiilor interlaboratoare sau din teste de capacitate;
- reviziile standardelor relevante;
- documente specifice de îndrumare pentru domeniul respectiv de încercare.

Prin urmare, organismele de acreditare vor fi în stare să re-definească cerințele lor privind incertitudinea de măsurare în acord cu dezvoltarea cunoștințelor din

domeniu. Pe termen lung, diferențele în cerințele pentru diferitele sectoare referitoare la maniera în care este evaluată incertitudinea de măsurare se va diminua. Cu toate acestea, laboratoarele trebuie să selecteze cea mai potrivită abordare pentru domeniile lor și să evalueze incertitudinea de măsurare corespunzător utilizării intenționate.

9 AVANTAJELE EVALUĂRII INCERTITUDINII PENTRU LABORATOARELE DE ÎNCERCARE

Există mai multe avantaje legate de evaluarea incertitudinii de măsurare în încercare, deși sarcina poate fi consumatoare de timp.

- Incertitudinea de măsurare asistă într-o manieră cantitativă probleme importante cum ar fi controlul riscului și credibilitatea rezultatelor de încercare;
- O declarație a incertitudinii de măsurare poate reprezenta un avantaj competitiv direct prin adăugare de valoare și prin conferirea de înțeles rezultatului;
- Cunoașterea efectelor cantitative a mărimilor singulare asupra rezultatelor de încercare îmbunătățește credibilitatea procedurii de încercare. Pot fi implementate mai eficient măsuri corective și, prin urmare, devine mai eficientă;
- Evaluarea incertitudinii de măsurare furnizează puncte de plecare pentru optimizarea procedurilor de încercare printr-o înțelegere mai bună a procesului de încercare;
- Clienți, cum ar fi organismele de certificare produs, au nevoie de informații privind incertitudinea asociată rezultatelor atunci când declară conformitatea cu specificații;
- Costurile de etalonare pot fi reduse dacă se poate demonstra, din evaluare, că anumite mărimi de influență nu contribuie substanțial la incertitudine.

10 REFERINȚE

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

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

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

[4] ISO Guide 33:2000, Uses of certified reference materials

[5] ISO/IEC 3534-1:1994, Statistics - Vocabulary and symbols Part 1: Probability and general statistical terms

[6] ISO/IEC 3534-2:1994, Statistics - Vocabulary and symbols Part 2: Statistical quality control

[7] ISO/IEC 17025:1999, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories

[8] ISO/IEC 5725: 1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results

[9] ISO/TS 21748: 2002, - Guide to the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty evaluation

[10] EA-3/04, Use of Proficiency Testing as a Tool for Accreditation in Testing (with EUROLAB and EURACHEM) Aug 2001

[11] EA-4/02 Expression of the Uncertainty of Measurements in Calibration (including supplements 1 and 2 to EA-4/02) (*previously EAL-R2*), Dec 1999

[12] EURACHEM / CITAC Guide CG 4, Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement (second edition) 2000

[13] EURACHEM, The Fitness for Purpose of Analytical Methods (ISBN 0- 948926-12-0) 1998

[14] EUROLAB, Technical report No.1/2002, June 2002.

[15] ILAC G17:2002, Introducing the Concept of Uncertainty of Measurement in Testing in Association with the Application of the Standard ISO/IEC 17025, November 2002

11 BIBLIOGRAFIE

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

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

12 ANEXĂ

Inventar al documentelor (normative și ne-normative, existente sau în proces de redactare) privind incertitudinea de măsurare (Document stabilit de CEN / WG 122 și grupul EA « incertitudine ») sinteză pregătită de Bernd Siebert.

Anexă: Lista alfabetică a documentelor

CEAL	Measurement uncertainty for environmental laboratories
CEN 12282	In vitro diagnostic medical devices - Measurement of quantities in samples of biological origin – Description of reference materials
CEN ISO 18153	In vitro diagnostic medical devices - Measurement of quantities in samples of biological origin – Metrological traceability of values for catalytic concentration of enzymes assigned to calibration and control materials.
CEN/ISO 17511	In vitro diagnostic medical devices - Measurement of quantities in samples of biological origin – Metrological traceability of values assigned to calibration and control materials.
CLAS Reference Document 5	General Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of Accredited laboratories' Measurement Results.
DIN (DRAFT) 32646	Chemische Analyse – Erfassungs- und Bestimmungsgrenze als Verfahrenskenn-größen - Ermittlung in einem Ringversuch unter Vergleichs-bedingungen - Begriffe, Bedeutung, Vorgehensweise
DIN 1319 Teil 3 Teil 4	DIN 1319 Teil 3."Auswertung v. Messungen einer einzelnen Messgröße, Messunsicherheit"; DIN 1319 Teil 4 "Behandlung von Unsicherheiten bei der Auswertung von Messungen"
DIN 32645	Chemische Analytik -Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze - Ermittlung unter Wiederholbedingungen - Begriffe, Verfahren, Auswertung
DIN 51309	Kalibrierung von Drehmomentmessgeräten für statische Drehmomente (Februar 1998)
DIN 58932-3	Haematology- Determination of the concentration of blood corpuscles- Par 3 Determination of the concentration of erythrocytes; Reference method
DIN 58932-4	Haematology- Determination of the concentration of blood corpuscles- Part 4: Determination of leucocytes; reference method
DKD R 7-1	Kalibrierung elektronischer nichtselbsttätiger Waagen
DKD R 7-1 Blatt 1 bis 3	Kalibrierung elektronischer nichtselbsttätiger Waagen
EA-10/03	Calibration of Pressure Balances (July 1997)
EA-10/04	Uncertainty of Calibration Results in Force Measurement (August 1996)
EA-10/14	EA Guidelines on the Calibration of Static Torque Measuring Devices (June 2000)
EA-4/02	Expression of the uncertainty of measurement in Calibration
EA-4/02 / DKD-3, E1	Angabe der Meßunsicherheit bei Kalibrierungen / Expression of the Uncertainty of Measurements in Calibration
EN 13274-1 to -8	Respiratory protective devices – Methods of test – Parts 1 to 8

Anexă: Lista alfabetică a documentelor - continuare

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

Anexă: Lista alfabetică a documentelor - continuare

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

Anexă: Lista alfabetică a documentelor - continuare

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

Anexă: Lista alfabetică a documentelor - continuare

ISO TR 10017	Guidance on statistical techniques for ISO 9001:1994 (1999)
ISO TR 13425	Guide for the selection of statistical methods in standardization and specification (1995)
ISO TR 13530	Water quality - Guide to analytical quality control for water analysis (1997)
ISO TR 13843	Water quality - Guidance on validation of microbiological methods (2000)
ISO TR 20461	Bestimmung der Messunsicherheit von Volumenmessungen nach dem geometrischen Verfahren
ISO/TR 5168	Measurement of fluid flow - Evaluation of uncertainties
ISO/TR 7066-1	Assessment of uncertainty in calibration and use of flow measurement devices - Part 1: Linear calibration relationships
M3003 (UKAS)	The expression of uncertainty and confidence in measurement
NEN 3114	Accuracy of measurements - Terms and definitions (1990)
NEN 6303	Vegetable and animal oils and fats - Determination of repeatability and reproducibility of methods of analysis by interlaboratory tests (1988, in Dutch)
NEN 7777 Draft	Environment - Performance characteristics of measurement methods (2001 in Dutch)
NEN 7778 Draft	Environment - Equivalency of measurement methods(2001in Dutch)
FD V 03-116	Analyse des produits agricoles et alimentaires. Guide d'application des données métrologiques (AFNOR)
NIST Technical Note 1297	Guidelines for evaluating and expressing uncertainty of NIST measurement results
NKO-PR2.8 (EA-4/02 in Dutch)	Uitdrukken van de meetonzekerheid (vertaling van EAL-R2) (translation in Dutch of EAL-R2)
NPR 2813 (NEN, Netherlands)	Uncertainty of length measurment – Terms, definitions and guidelines
NPR 7779 Draft	Environment – Evaluation of the uncertainty of measurement results (2002 in Dutch)
prEN ISO 15011-1, prEN ISO 15011-2, prEN ISO 15011-3, EN ISO 10882-1, EN ISO 10882-2	Health and safety in welding and allied processes (CEN/TC 121/SC 9)
prEN ISO 8655-1 prEN ISO 8655-1	Piston operated volumetric apparatus – terms prEN ISO 8655-1 Piston operated volumetric apparatus – frarimetric test methods.
prISO 11904-1	Acoustics – Determination of sound immissions from sound sources placed close to the ears – Part 1: Technique using microphones in real ears (MIRE-technique)...
SINAL DT-0002	Guida per la valutazione e la espressione dell'incertezza nelle misurazioni –
SINAL DT-0002/1	Guida per la valutazione e la espressione dell'incertezza nelle misurazioni, esempi applicativi di valutazioni dell'incertezza nelle misurazioni elettriche –
SINAL DT-0002/3	Guida per la valutazione e la espressione dell'incertezza nelle misurazioni, avvertenze per la valutazione dell'incertezza nel campo dell'analisi chimica –

Anexă: Lista alfabetică a documentelor - continuare

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