

EA

Euroopa
Akrediteerimise
koostöö

**Publication
Reference**

EA-4/16

		EA juhend	
		määramatuse	
		väljendamiseks	
		kvantitatiivsel katsetamisel	
		<i>(tõlge eesti keelde)</i>	

EESMÄRK

Antud dokumendi eesmärk on harmoniseerida määramatuse hindamist EA sees, mis on seotud mõõte- ja katsetulemuste esitamisega. Toodud on soovitusel ja nõuanded selle eesmärgi saavutamiseks nimetatud määramatuste hindamisel.

Autorlus

Antud dokument on koostatud EA mõõtemääramatuse ekspertgrupi poolt EA Laboratooriumite komitee nimel.

Ametlik keel

Tekst võib olla tõlgitud teistesse keeltesse vastavalt vajadustele. Määravaks versiooniks jääb ingliskeelse teksti versioon.

Paljundamine

Antud teksti paljundamise korraldab EA. Teksti ei tohi paljundada müügi eesmärgil.

Täiendav informatsioon

Antud teksti puudutava täiendava informatsiooni saamiseks võite pöörduda oma rahvusliku EA liikme poole. Ajakohastatud informatsiooni saamiseks palun vaadake meie veebilehekülge <http://www.euroean-accreditatiion.org>

Jõustamise kuupäev: November 2003

Juurutamise kuupäev: November 2004.

Üleminekuageg:

SISUKORD

- 1 SISSEJUHATUS**
- 2 KÄSITLUSALA**
- 3 POLIITIKA**
- 4 MVJ KOKKUVÕTE**
- 5 ABISTAV JUHIS MÕÕTMISTEKS JA KVANTITATIIVSEKS KATSETAMISEKS**
 - 5.1 Nõuded
 - 5.2 Mõõtemääramatuse hindamise spetsiifilised raskused katsetamisel
- 6 MEETODI VALIDEERIMISE JA SUUTLIKKUSE ANDMETE KASUTAMINE MÄÄRAMATUSE HINDAMISEL**
 - 6.1 Meetodi valideerimise ja suutlikkuse andmete allikad
 - 6.2 Meetodi kasutuselevõtule eelneva valideerimise ja tõendamise käigus kogutud andmed
 - 6.3 Katsemeetodi suutlikkuse laboritevaheline hindamine vastavalt ISO 5725 või ekvivalendi kohaselt
 - 6.4 Katse või mõõteprotsessi kvaliteediandmestu
 - 6.5 Tasemekatsete andmed
 - 6.6 Määramatuse komponentide olulisus
 - 6.7 Eelneva uurimise andmestu kasutamine
- 7 KATSETULEMUSTE KAJASTAMINE KVANTITATIIVSEL KATSETAMISEL**
- 8 MÄÄRAMATUSE KONTSEPTSIOONI JÄRK-JÄRGULINE JUURUTAMINE**
- 9 MÄÄRAMATUSE HINDAMISE EELISED KATSELABORITES**
- 10 VIITED**
- 11 BIBLIOGRAAFIA**
- 12 LISA**

1 SISSEJUHATUS

Mõõtemääramatuse väljendamise juhend (MVJ) [1] on EA poolt tunnustatud mõõtemääramatuse põhidokumendiks. Seega on kooskõla MVJ- ga üldiselt vajalik juhisteks või soovitusteks mõõtemääramatuse hindamisel kõigis EA tegevusega seonduvatel aladel.

Üldjuhul on MVJ rakendatav ka katsetamisel, kuigi on olemas kindlad erinevused mõõte- ja katseprotseduuride vahel. Mõni katseprotseduur võib MVJ kasutamise muuta raskeks. Peatükis 6 on toodud juhised käitumiseks taolises olukorras.

Kus iganes, soovitavalt akrediteeritud laborid, esitavad oma kvantitatiivseid katsetulemusi, peavad nad seda tegema kooskõlas MVJ- ga. MVJ põhinõudeks on mudeli kasutamine mõõtemääramatuse hindamiseks. See mudel peaks sisaldama kõik katsetulemuste määramatust oluliselt mõjutavad suurused. Siiski esineb niisuguseid olukordi, kus detailse mudeli koostamine osutub mittevajalikuks. Niisugustel juhtudel oleks vaja kasutada teisi kindlaksmääratud juhiseid ja meetodeid, mis näiteks baseeruvad valideerimis- ja suutlikkuse andmestikel.

Kindlustamaks klientidele maksimaalset hüve pakutavate teenuste osas, akrediteeritud katselaborid on arendanud välja sobivad kliendiga koostöö põhimõtted. Kliendil on õigus eeldada, et katsearuanne on korrektne, kasutatav ja mõistetav. Sõltuvalt olukorrast võivad kliendid olla huvitatud ka kvaliteedinäitajatest, eriti:

- tulemuste usaldusväärsusest ja selle usaldusväärsuse kvantitatiivsest hinnangust, s.t. määramatusest
- toote vastavusavalduse kindlus tase, mis johtub katsetulemustest ja sellega seonduvast laiendmääramatusest.

Katsemeetodi kvaliteedi iseloomustamisel on olulised ka teised kvaliteedinäitajad, nagu korratavus, täpsuse taasesitatavus, tõesus, lihtsus ja selektiivsus.

Antud dokument ei tegele määramatuse kasutamisega vastavushindamisel. Üldiselt ei kajasta katsetulemuse kvaliteet parimat võimalikku või väikseimat määramatust. Antud juhendi käsitusala on määratud peatükis 2 ja EUROLAB-i, EURACHEM-i ning EA ühine poliitikaavaldus on toodud peatükis 3. Peatükid 4, 5 ja 6 on abistavad. Peatükis 4 on toodud MVJ lühiülevaade. Peatükis 5 on koondatud ISO/IEC 17025- s [7] sisalduvad nõuded ja nende juurutamise strateegia määramatuse hindamisel. Samuti on siin toodud ka mõned katsetamisel esinevad raskused määramatuse hindamisel. Peatükis 6 tuuakse juhised kasutamaks katsemeetodi valideerimise ja suutlikkuse andmeid määramatuse hindamisel. EA nõuded mõõtetulemuste esitamisel on toodud peatükis 7. Peatükis 8 on toodud katsetamise määramatuse järk-järgulise kasutuselevõtmise juhised. Kvantitatiivsetel katsetustel saadud väärtustega seotud üksikasjaliku määramatuse eelised on toodud peatükis 9.

2 KÄSITLUSALA

Antud dokument on mõeldud juhiste andmiseks mõõtemääramatuse hindamisel¹ kvantitatiivsel katsetamisel. Igat katset, mille abil määratakse mõõdetava suuruse või näitaja numbriline väärtus, nimetatakse kvantitatiivseks katseks. Määramatuse hindamiseks kalibreerimisel peaks juhitudama EA –4/02 [11].

3 POLIITIKA

Väljavõtted ILAG-G17:2002 “Sissejuhatus katsetamise mõõtemääramatuse kontseptsiooni standardi ISO/IEC 17025 rakendamisel”[15]:

1. Määratud mõõtemääramatus peaks sisaldama piisavalt informatsiooni võrreldavuse eesmärgil;
2. MVJ ja ISO/IEC 17025 on baasdokumentideks, kud vajalikud võivad olla sektorite spetsiifilised interpreteeringud;
3. Ainult kvantitatiivse katsetamise mõõtemääramatus loetakse ajast sõltuvaks. Kvantitatiivsete katsetuste tulemuste kasutamise strateegia peab arenema vastavuses teadusliku keskkonna arenguga;
4. Põhinõudeks peaks olema kas kogu määramatuse hindamine või peamiste komponentide määramine, millele järgnevad nende suuruse ja kombineeritud määramatuse tuletamise püüdlused;
5. Mõõtemääramatuse hindamise aluseks on olemasolevate teadmiste kasutamine. Kasutatama peaks olemasoleveid andmeid (kvaliteedi juhtimise voodiagrammid, valideerimine, ringkatsed, PT, CRM, käsiraamatud j.t.);
6. Standardsete katsemeetodite rakendamisel on kolm varianti:
 - kui kasutatakse niisugust standardset katsemeetodit, mis sisaldab juhiseid määramatuse hindamiseks, siis katselaboritelt ei eeldata muud kui standardid toodud määramatuse hindamise protseduuri täitmist²;
 - kui standard esitab tulemuse tüüpilise (iseloomaliku) mõõtemääramatuse, siis juhul kui labor suudab demonstreerida täielikku kooskõla katsemeetodiga, on lubatud esitada see arv;
 - kui standardi olemus sisaldab katsetulemuste mõõtemääramatust, siis edasisi tegevusi ei ole vaja kasutusele võtta².

Ei tuleks eeldata, et katselaborid peaksid tegema midagi enam kui panema tähele ja täitma standardis toodud määramatuse kohta käivat informatsiooni, s.t. esitama toodud määramatuse suuruse või tegutsema määramatuse hindamise protseduuri kohaselt. Standardid, mis toovad ära katsemeetodid, peaksid olema ümbervaadatud määramatuse hindamise ja kehtestatud suuruse osas katsetulemuste esitamisel ja vastavalt revideeritud standardimisasutuse poolt.

- 7 Mõõtemääramatuse hindamise vajalik sügavus võib olla erinev erinevates tehnilistes valdkondades. Arvestatavad faktorid sisaldavad:
 - üldised seisukohad;

¹ Termin evaluation (hindamine) eelistatakse kasutamisel terminile estimation (kindamine). Varasem termin kandis üldisemat iseloomu ja võimaldab erinevaid lähenemisi määramatusele. Antud valik on ka kooskõlas MVJ sisuga.

EA 4/16. EA Juhend määramatuse väljendamiseks kvantitatiivsel katsetamisel

² Laborid peavad demonstreerima oma täielikku meetodile vastavust.

- *mõõtemääramatuse mõju tulemustele (määramise sobivus);*
 - *asjakohasus;*
 - *mõõtemääramatuse määramise olulisuse taseme tase.*
- 8 *Kindlatel juhtudel on piisavav kui kajastada ainult korratavus;*
- 9 *Kui mõõtemääramatuse hindamine on puudulik, siis see peaks olema kajastatud igal määramatuse esitamise juhul;*
- 10 *Ei peaks loodama uusi juhendeid kui kasutuskõlblikud juhendid juba eksisteerivad.*

4 MVJ LÜHIKOKKUVÕTE

MVJ põhineb suurepärasel teorial ja võimaldab mõõtemääramatuse sisulist ja ülekantavat hindamist ning toetab metrooloogilist jälgitavust. Järgnevad paragrafid esitavad MVJ põhiideede ja seisukohtade kokkuvõtliku interpreteeringu.

MVJ –s võib eristada kolme erinevat tasandit. Nendeks on põhilised seisukohad, soovitusel ja hindamise protseduurid. Põhiseisukohtade sisulised nõuded on arvestatud neile järgnevatel soovitusel. MVJ- s toodud määramatuse hindamise protseduur baseerub määramatuse tuletamisel, mis on rakendatav lineaarsete või lineariseeritud mudelite puhul (vt.allpool). Seda peaks rakendatama alati kui see on võimalik, sest see on ettevaatav ja kergesti kasutatav. Siiski võib mõnedel juhtudel osutada vajalikuks kasutada keerukamaid meetodeid, kus on vajalik kasutada mudeli kõrgemat järku tuleti või tõenäosusjaotuseid.

Põhiseisukohad määramatuse hindamisel on

- teadmised kõigist suurustest, mis mõjutavad mõõdist, on põhimõttelised ebatäielikud ja võivad olla väljendatud tõenäosustihedusfunktsioonina (TTF) suurusele omistatavatest ja teadmistel põhinevatel väärtustest.
- selle TTF eeldatav väärtus loetakse mõjutava suuruse väärtuse parimaks hinnanguks
- selle TTF standardhälve loetakse antud hinnangu standardmääramatuseks
- TTF põhineb teadmistel antud suuruse kohta mis võivad olla mõjutatud:
 - mõõtmiste kordamisest - A- tüüpi hindamine
 - teaduslik arusaam, mis põhineb kogu kättesaadaval informatsioonil sisendsuutuse võimaliku muutumise kohta - B tüüpi hindamine.

Antud dokument interpreteerib MVJ põhinevana

- mudelil, mis on modelleeritud kajastama mõõdist mõjutavate sisendsuuruste vastastikust seost
- korrektsioonidel, mis on lisatud antud mudelisse, arvestamiseks süstemaatilisi mõjusid; niisugused korrektsioonid on vajalikud saavutamaks jälgitavust riigietalonidega (vt. CRMs, mõõtmiste põhiprotseduurid, SI ühikud).
- Mõõtetulemuste niisugusel esitamisel, mis esitab väärtuse ja selle tulemuse kvaliteedi kvantitatiivse hinnangu
- Kui vaja, mõõtetulemuse võimalik vahemik, mille kohta võib eeldada, et see hõlmab suure osa mõõdiste mõistlikult omistatavatest suurustest. Antud vahemik, mida tihti nimetatakse laiendmääramatuseks, on väga sobiv mõõtetulemuse kvaliteedi indikaator. Selle suurendamise tegurit nimetatakse laiendusteguriks K(vt. peatükk 7).

Hindamisprotseduur koosneb neljast osast:

- Mõõtemudeli väljatöötamine. Kuna see on tavaliselt kõige komplitseeritum hindamise osa, siis on soovitatav kasutada põhjuse-tagajärje seost ühendamiseks sisendsuurusi mõõdisega
- Kättesaadav informatsioon mis on antud nende sisendsuuruste kohta on tõenäosustihedusfunktsioon (TTF). Paljudel praktikas esinevatel juhtudel on vajalik määrata ainult iga TTF ooteväärtus ja standardhälve, s.t. iga suuruse parim hinnang ja selle hinnanguga seonduv standardmääramatus
- Määramatuse tuletamine. Põhiprotseduur (määramatuse tuletamise seadus), olles kas lineaarne või lineariseeritud mudel, on teatud vastuolude subjekt. Metroloogiala juhendite Ühendkomitee töögrupil on koostamisel üldisem juhend (TTF –de tuletamine), mis sisaldab erandjuhuna ka määramatuse tuletamise reeglid.
- Andes täieliku mõõtetulemuse esitades selle väärtuse parima hinnangu koos sellega seotud liitstandardmääramatusega ja laiendmääramatusega (Peatükk 7).

MVJ [1] annab juhise täieliku mõõtetulemuse esitamiseks peatükis 7, “Määramatuse esitamine”. Antud dokumendi 7. peatükk järgib MVJ soovitusi ja esitab ka mõned täpsustavad juhised. Pange tähele, et MVJ lubab kasutada nii liitstandardmääramatust $u_c(y)$ kui ka laiendmääramatust $U(y)$, s.t. tähendab poolt, määratud usaldusnivooga usaldatavusvahemiku laiust kui määramatuse mõõdist. Kui kasutatakse laiendmääramatust, siis peab olema määratud ka laiendustegur k , mis võrdub $U(y)$ ja $u_c(y)$ suhtega.

Et hinnata mõõtetulemuse Y määramatust, on vajalik teada ainult järgmist:

- mõõtemudelit, $Y = f(X_1 \dots X_N)$,
- sisendsuuruste X_i parimaid hinnanguid x_i ja
- määramatuse $u(x_i)$ ning x_i ja x_j seotud korrelatsioonitegureid $r(x_i, x_j)$.

Sisendsuuruse X_i tõenäosustihedusfunktsiooni (TTF) parim väärtus on x_i , kui $u(x_i)$ on selle tõenäosustihedusfunktsiooni standardhälve, $r(x_i, x_j)$ näitab x_i ja x_j vahelise kovariatsiooni suurus mis on omakorda standardhälbe produkt.

Et määrata mõõtetulemusega y seotud liitstandardmääramatust $u_c(y)$, ei ole enam vajalik tõenäosustihedusfunktsiooni tundmine. Et aga määrata antud usaldusnivoo juures usaldatavusvahemiku poolt laiust, s.t. laiendmääramatust, on vajalik tõenäosustihedusfunktsiooni tundmine. See nõuab täiendavaid teadmisi, kuna kaks parameetrit, ooteväärtus ja standardhälve ei määra kindlaks tõenäosustihedusfunktsiooni, välja arvatud juhul, kui see on normaaljaotus.

Peatükis 7 on toodud juhised laiendmääramatuse arvutamiseks nendel juhtudel, kui tegemist ei ole mõõtetulemuse Y normaaljaotusega (Gaussi TTF).

5 ABISTAV JUHIS MÕÕTMISTEKS JA KVANTITATIIVSEKS KATSETAMISEKS

5.1 NÕUDED

Põhimõtteliselt standard ISO/IEC 17025 ei sisalda mõõtemääramatusega seonduvaid uusi nõudeid kuid ta tegeleb antud küsimusega detailsemalt kui vana selle standardi versioon.

“5.4.6 Mõõtemääramatuse hindamine

5.4.6.1 kalibreerimis- või katselabor, kes sooritab ise oma kalibreerimised, peab omama ja rakendama protseduure mõõtemääramatuse hindamiseks kõigile kalibreerimistele või kalibreerimisaladele.

5.4.6.2 Katselaborid peavad omama ja rakendama protseduure mõõtemääramatuse hindamiseks. Teatud juhtumitel võib katsemeetodi olemus välistada kindla metrooloogiliselt ja statistiliselt kehtiva mõõtemääramatuse arvutuse. Nendel juhtudel peab labor vähemalt proovima identifitseerida kõik määramatuse komponendid ja tegema asjakohase hindamise ning tagama, et tulemuse esitamise vorm ei anna ekslikku muljet määramatusest. Asjakohane hindamine peab põhinema meetodi sisu tundmisel ja mõõtetulemusel ning peab kasutama näiteks eelnevat mõõtekogemust ja valideerimisandmeid.

MÄRKUS 1 Mõõtemääramatuse hindamisel vajatava olulisuse tase sõltub sellistest teguritest nagu:

- katsemeetodi nõuded;
- kliendi nõuded;
- kitsaste piiride olemasolu, millel põhineb spetsifikaadile vastavuse hindamise otsus.

MÄRKUS 2 Nendel juhtudel, kus üldtunnustatud katsemeetod määratleb väärtuste piirid põhilistele mõõtemääramatuse allikatele ja määratleb arvutatud tulemuse esitusviisi, loetakse labor selle klausli nõudeid rahuldanud kui ta jälgib katsemeetodit ja esitamise juhendeid (vt. 5.10).

5.4.6.3 Mõõtemääramatuse hindamisel tuleb arvesse võtta kõik määramatuse komponendid, mis on tähtsad antud olukorras, kasutades vastavaid analüüsimeetodeid.

MÄRKUS 1 Määramatuse allikad hõlmavad vähemalt kasutatud etalone ja etalonained, kasutatud meetodeid ja seadmeid, keskkonnatingimusi, katsetatud või kalibreeritud objekti ning operaatori omadusi ja tingimusi.

MÄRKUS 2 Katsetatud ja/või kalibreeritud objekti pikaajast ettearvatavat käitumist tavaliselt mõõtemääramatuse hindamisel ei arvestata.

MÄRKUS 3 Täiendavaks informatsiooniks vt. ISO 5725 ja Mõõtemääramatuse Väljendamise Juhist (vt. Kasutatud kirjandus).

5.2 Mõõtemääramatuse hindamise spetsiifilised raskused katsetamisel

Terminid “katsetulemus” ja “mõõtetulemus” lähtuvad kahest hästidefineeritud põhimõttest. Metrooloogisa kasutatakse sõna “mõõdetav suurus”, vastavalt VIM-ile [2, klausel 2.6] ja katsetamisel eelistatakse sõna “näitaja” vastavalt ISO 3534-2 [6] definitsioonile.

<p>Mõõdis (VIM 2.6) Määratletud, mõõtmisele kuuluv suurus</p> <p>(mõõdetav) suurus (VIM 2.1) nähtuse, keha või aine omadus, mis võib olla kvalitatiivselt eristatud ja kvantitatiivselt määratletud</p>	<p>Näitaja (ISO 3534) Omadus, mis võimaldab antud koguse piires eristada “asju”</p>
---	--

Mõõtmise ja katsetamise juures kasutatava terminoloogia erinevus saab selgemaks võrreldes nende kahe tegevuse definitsioonidega:

<p>Mõõtmine (VIM 2.1) Tegevuste kogum, mille eesmärk on suuruse väärtuse määramine</p>	<p>Katsetamine (ISO/IEC Juhend 2 [3]) Tehniline operatsioon, mis koosneb antud toote, protsessi või teenuse ühe või enama näitaja määramisest, vastavuses määratletud protseduurile</p>
---	--

Vastavalt VIM-i määratlusele on mõõdetav suurus seega üks konkreetne juhtun näitajatest vastavalt ISO 3534 määratlusele, selles tähenduses, et korrektselt defineeritud näitaja võib olla käsitletav mõõdetava suurusena. Täpsemalt öeldes on kvantitatiivne näitaja VIM-i mõistes mõõdetav suurus ja katsetamise puhul selle suuruse väärtus määratakse kindlaks mõõtmiste teel. Siit järeldub, et mõõtetulemuse ja kvantitatiivse katse omadused on identsed. Lisaks on mõlemal juhul vajalik sobivalt defineerida näitaja mõõdetav suurus. Siinkohal tähendab “sobiv” piisavalt detailset ja mõõte- või katseprotsessiga seonduvat ning mõnikord ka tulemuse edasise kasutamise seonduvat.

Siiski, võib täheldada mõõtmiste praktikas olulisi erinevusi (nagu võib näha kalibreerimisel ja katsetamisel) ja selle mõjusid määramatuse hindamisel:

Mõõteprotsess tavaliselt annab tulemuse, mis on põhimõtteliselt sõltumatu mõõtemetodist, välja arvatud erinevate meetoditega kaasnevad erinevad määramatused. Näiteks, võib eeldada, et klaastermomeetri ja plaatina termomeetri abil saadud temperatuuri väärtused on sarnased (nendega seotud määramatuste ulatuses), kuid esimese väärtuse määramatus on tunduvalt suurem teise väärtuse määramatusest.

Katsetulemus tavaliselt sõltub meetodist, mõnikord väga tugevasti ja näitaja määramiseks kasutatakse selleks ettenähtud protseduure. Üldiselt on nii, et erinevad katsemeetodid võivad anda erinevaid tulemusi ja seega ei saa näitajatesse suhtuda kui korrektselt määratletud mõõtetavasse suurusesse.

Mõõteprotseduurid, keskkonna ja läbiviimise tingimused peavad olema tagatud kas standardsete väärtustena või mõõdetud, võimaldamaks rakendada korrigeerivaid tegureid ja kajastama standardiseeritud tingimustele vastava tulemuse. Näiteks, dimensionaalsete mõõtmiste puhul mõõdetakse mõõdetavate objektide temperatuuri, et korrigeerida mõõtetulemust temperatuuripaisumise tõttu ja gaasi vooluhulga mõõtmistel kas tagatakse kindlaksmääratud või mõõdetakse rõhu ja temperatuuri väärtused kasutades neid korrigeerimise alustena.

Katsemeetodid on tihti määratletud kokkuleppeliselt. Niisugused kokkulepped kajastuvad erinevate asjaoludena või eesmärkidena:

- Katse peab olema kooskõlas toote kasutamise reaalsete tingimustega
- Katsetingimused kujutavad endast tihti kompromissi äärmuslike kasutustingimuste vahel
- Katsetingimused peavad olema hõlpsasti laboratooriumides korratavad
- Katsetingimused mõju tulemustele konkreetsetel juhtudel peaks olema ohjatud

Et saavutada viimast eesmärki, määratakse kindlaks vajalike tingimuste nominaalväärtused ja nende lubatud kõrvalekalded. Tihti on katsetemperatuur kehtestatud $38,0^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$. Siiski ei ole kõiki tingimusi võimalik juhtida. Niisugune puudulikkus teadmistes kutsub esile tulemuste varieerumise. Niisuguse varieeruvuse ohjamine on katsemeetodi üheks soovitatavaks omaduseks.

Katsetulemuste esitamisel kasutatakse katsetamise juures tihti mingit füüsilist suurust indikaatorina. Näiteks, põlemiskatse juures kasutatakse niisuguse indikaatorina tavaliselt süttimisaega. Süttimisaja mõõtmisega seonduv määramatus suurendab katsetulemuse varieeruvust. Siiski on nii, et niisugune varieeruvuse panus on üldiselt piiratud katsemeetodi olemuslike ja kontrollimatute panustega kuid mis siiski peaks olema tõendatud.

Katselaborid peaksid täpselt välja selgitama kõik katsemeetodi ja katsetingimuste elemendid, mis kehtivad katsetuste jooksul, selleks, et hinnata katsetulemuse nendega seonduvat määramatust.

Põhimõtteliselt võib, vastavalt MVJ soovitusele, kehtestada katsetprotseduuri kirjeldava matemaatilise mudeli. Siiski võib olla, et mudeli tuletamine on majanduslikel või teistel põhjustel põhjendamatult. Niisugustel juhtudel võib kasutada alternatiivseid meetodeid. Täpsemalt, tihti võib laboritevaheliste võrdlusmõõtmiste abil hinnata niisuguseid variatsioonide allikaid nagu see on sätestatud ISO 5725 [8] ja mis võimaldavad hinnata meetodi korratavust, taasesitatavust ja (mõnikord) tõesust.

Vaatamata ülaltoodud terminoloogia erinevustele, mõistetakse vastavalt antud dokumendi eesmärgile, kvantitatiivse katsetamise tulemust kui mõõtetulemust MVJ mõttes. Tähtis järeldus on see, et mõõdetava suuruse sobiv matemaatiline mudel, mis kirjeldab kõik mõjud, mõõdisele katsetamiste puhul, on katsetamise puhul võimalik vähemal määral. Seega võib katsetamise juures määramatuse hindamisel olla vajalik valideerimine ja meetodi suutlikkuse uurimine nagu see on kirjeldatud peatükis 6.

6 MEETODI VALIDEERIMISE JA SUUTLIKKUSE ANDMETE KASUTAMINE MÄÄRAMATUSE HINDAMISEL

6.1 Meetodi valideerimise ja suutlikkuse andmete allikad

Katsemeetodi kasutamise käigus omandatud selle meetodi suutlikkuse näitajad osutuvad tihti vajalikeks tulemuste määramatuse hindamisel (ptk. 4). Eriti tähtis on see sellisel

EA 4/16. EA Juhend määramatuse väljendamiseks kvantitatiivsel katsetamisel juhul, kui tulemused on mõjutatud olulistest ja ettemääramatutest mõjudest, milledesse on parem suhtuda kui juhuslikesse mõjudeesse või mille puhul sobiva matemaatilise mudeli

väljaarendamine on ebapraktiline. Väga tihti sisalduvad meetodi suutlikkuse andmetes üheaegselt mitmest määramatuse allikast lähtuvad mõjutused ja vastavalt sellele võib nende kasutamine oluliselt lihtsustada määramatuse hindamise protsessi. Meetodi suutlikkuse informatsioon omandatakse tavaliselt

- Katsemeetodi valideerimise ja verifitseerimise jooksul, mis viiakse läbi enne katsemeetodi kasutuselevõtmist, kogutud andmetest
- Vastavalt ISO 5725 läbiviidud laboritevahelistest uuringutest
- Kvaliteedi kontrolli käigus (see on kontrollproovid) kogutud andmetest
- Kutsemeisterlikkuse kontrolli skeemide kasutamisest vastavalt EA-3/04 [10] kirjeldusele.

Järgmises peatükis on toodud kõigist neist allikatest saadud andmete kasutamise üldised juhised.

6.2 Meetodi kasutuselevõtule eelneva valideerimise ja tõendamise käigus kogutud andmed

6.2.1 Praktikas, üldiseks kasutamiseks lubatud katsemeetodi sobivust tema eesmärgiga, kontrollitakse tavaliselt meetodi valideerimise ja tõendamise käigus teostatavate uuringute abil. Niisugusel moel kogutud andmed võivad anda informatsiooni katsemeetodite määramatuse hindamiseks. Kvantitatiivsete katsemeetodite valideerimiseks teostatud uuringud tavaliselt määravad kindlaks mõne või kõik järgnevatest näitajatest:

Täpsus. Laboratooriumis teostatavad uuringud annavad täpsuse korratavates tingimustes ja vahetingimuste juures, mis ideaaljuhul ei sõltu ajast ega erinevatest operaatoritest ega erinevatest tüüpidest katsekehadest. Selliselt saadud katsemeetodi täpsus moodustab kogu määramatuse olulise komponendi, mis on määratud kindlaks kas iseseisvate erinevuste või kogu meetodi uurimisel selle kasutamisel.

Süsteemaatiline mõõtehälve. Katsemeetodi süsteemaatilised mõõtehälbed määratakse tavaliselt kindlaks kas uurides vastavaid tugisaineid või -katsekehi. Selle eesmärk on tavaliselt olulise süsteemaatilise mõõtehälbe identifitseerimine ja elimineerimine. Üldiselt on süsteemaatilise mõõtehälbe määramisega seonduv määramatus oluline kogumääramatuse komponent.

Lineaarsus. Lineaarsus on meetodi oluline omadus, mis võimaldab teostada mõõtmisi kogu väärtuste ulatusese piires. Oluliste ebalineaarsuste kompenseerimine on ebalineaarsete kalibreerimisfunktsioonide kasutusvajaduse tõttu tihti keerukas. Vastupidiselt sellele, saab seda vajadust vältida kitsendatud kasutuspiirkonna valikuga. Iga allesjääv lineaarsusest kõrvalekalle on tavaliselt piisavalt arvesse võetud üldises täpsusenäitajas. Kui niisugused hälbed on võrreldes kalibreerimisega seotud määramatustega tühised, ei ole vajadust täiendava määramatuse hindamise järele.

Tundlikkus. Vajadusel võib olla kehtestatud katsemeetodi kasutatavuse alumine piir. Niisugune väärtus ei ole otseselt seotud vastava määramatuse hinnanguga. Sellise ala või sellele lähedase ala jaoks hinnatud määramatus on oluline, kui seda võrrelda tulemusega, mis viib teatud raskustesse määramatuse hindamisel ja kajastamisel. Viidatakse sobivale dokumentatsioonile [13] tulemuste menetlemise ja esitamise kohta antud alas.

Selektiivsus ja spetsiifilisus. Need terminid seostuvad katsemeetodi võimega kajastada asjakohases mõõdises häire mõju selle juuresolekul ja on eriti oluline keemiliste katsetuste juures. Need on kvalitatiivsed määratlused ja otseselt ei kajasta informatsiooni määramatuse kohta kuigi häirete mõjud võivad põhimõtteliselt olla kasutusel määramatuse hindamisel [12].

Lihtsus ja kindlus. Paljud meetodi väljatöötamise või valideerimise protokollid nõuavad, et meetodi tundlikkus teatud parameetrite suhtes oleksid otseselt välja selgitatud. Kindluse andmed võivad seega meid varustada informatsiooniga oluliste parameetrite mõjudest ja on eriti tähtis antud mõju olulisuse hindamisel.[13].

6.2.2 Meetodi suutlikkuse eksperimentaalsed uuringud peaksid olema teostatud hoolikalt. Eriti:

- Kasutusulatus vajalikkus: niipalju kui see on võimalik, peaksid olema tehtud uuringud, mis annaksid meetodi normaalse kasutuse juures realistliku ülevaate mõjurite arvust ja ulatusest, samuti ka meetodi kasutusulatusse jäävate katsekehade tüüpide ja piirkondade ülevaate. Antud kontekstis on eriti sobivad täpsuse hinnangud, mis hõlmavad kogu variatsioonide allikate spektri.
- Kui võib eeldada faktorite mõjusid, siis need mõjud peaksid olema arvesse võetud. See võib olla saavutatud kas mõjurite erinevate tasemete suvalise valikuga või nii variatsiooni kui ka kovariatsiooni kohta käiva informatsiooni hoolika süstemaatilise läbitöötamise teel.
- Teostades uuringuid üldise süstemaatilise mõõtehälbe määramiseks, on oluline, et tugiained ja väärtused vastaksid tavakatsetel kasutatavatele materjalidele.

Hoolikas eksperimentaalne meetodi arendus on seega suhteliselt väärtusetu tõendamaks, et kõik asjakohased tegurid oleksid arvesse võetud ja sobivalt hinnatud.

6.2.3 Põhiseisukohad valideerimise ja suutlikkuse andmete kasutamiseks mõõtemääramatuse hindamisel on sarnased nendega, mis on rakendatavad suutlikkuse andmete kasutamise juures. Siiski tundub, et need andmed, mis on kättesaadavad suutlikkuse hindamise läbi, katavad adekvaatselt vähem faktoreid. Sellest lähtuvalt tekib vajadus lisahinnangute järele. Tavaprotseduur on järgmine:

- Koosta sobivatest määramatuse allikatest loetelu. Tavaliselt osutub vastuvõetavaks kui see hõlmab kõik mõõdetavad suurused, mis jäid katse jooksul konstantseteks kasutades sobivaid täpsusnõudeid, arvestamaks üksikute mõõtmiste hajuvust või võttes arvesse katsemeetodit kui tervikut. Põhjuse ja tulemi sõltuvus [13] on väga vastuvõetav meetod, et võtta kokku määramatuse allikad ja näidata kuidas nad on omavahel sõltuvad ja demonstreerida nende mõju tulemuse määramatusele.
- Koondada kokku kõik meetodi suutlikkuse ja kalibreerimisandmed.
- Kontrollida järgi, millised kättesaadavad andmed määramatuse allikate kohta on adekvaatselt arvesse võetud. Üldiselt ei ole nõutav kõigi panuste mõjude eraldi arvestamine; kui mitu mõju moodustavad üldise suutlikkuse näitaja, võib nad kõik lugeda arvessevõetuteks. Täpsusnäitajad mis katavad suure allikate variatsioonide ulatuse, on seega osaliselt kasutatavad, kuna nad tihti sisaldavad üheaegselt mitmeid faktoreid (pane tähele, et üldiselt on täpsusega seotud andmed ebapiisavad,

EA 4/16. EA Juhend määramatuse väljendamiseks kvantitatiivsel katsetamisel välja arvatud juhul kui kõik faktorid on hinnatud ja näidatud nende mõjude mitteolulisus).

- Nende määramatuse allikate jaoks, mis ei ole adekvaatselt kaetud olemasolevate andmetega, tuleb hankida täiendavat informatsiooni kirjanduse või muust olemasolevast andmestust (tunnistused, seadmete spetsifikatsioonid jne.) või plaanida eksperimente vajalike täiendavate andmete saamiseks.

6.3 Katsemeetodi suutlikkuse laboritavahelised uuringud vastavalt ISO 5725 või ekvivalentsele standardile.

6.3.1 Laboritavaheliste uuringute läbiviimine vastavalt standardile ISO 5725 tavaliselt võimaldab määrata kindlaks korratavuse standardhälbe s_r ja taasesitatavuse standardhälbe s_R (mõlemad vastavalt ISO 3534-1 määratlusele) ning võib anda hinnangu ka tõesusele (mõõdetav kui eelistus, mis arvestab teadaolevaid baasväärtusi). Niisuguste andmete kasutamine määramatuse hindamiseks katsetegevusel on detailselt kirjeldatud dokumendis ISO TS 21748 [9]. Üldised põhimõtted on järgmised:

- i) määra kindlaks meetodi suutlikkuse näitajate vastavus mõõtetulemustega mingi kindla mõõteprotsessi jaoks. Antud dokumendi peatükk 6.2 annab vajalikud juhised.
- ii) määra kindlaks meetodi suutlikkuse näitajate sobivuse katsekehade, näidiste käsitlemise erinevuste identifitseerimise, proovivõtmise või antud labori katsekehade ja mitme labori koosöna teostatud uuringutel kasutatud katsekehade erinevuste eeldatava vastastikuste seoste tasemega. Vajalikuks võib osutada näiteks taasesitatavuse standardhälbe sobitamine muudatustega täpsuses koos selle tagajärje tasemega.
- iii) faktorite poolt põhjustatud täiendavate määramatuste identifitseerimine ja hindamine, millised ei ole adekvaatselt hõlmatud laboritevaheliste uurimistega (vt. 6.3.2).
- iv) MVJ põhimõtete kasutamine liitmääramatuse kõigi oluliste panuste arvessevõtmiseks, kaasa arvatud taasesitatavuse standardhälve (sobitatud kui see on vajalik), kõik määramatused, mis on seotud antud meetodi labori süstemaatilise mõõtehälbe komponendiga ja määramatused, mis on identifitseeritud p. iii).

Toodud põhimõtted on kasutatavad niisuguste katsemeetodite juures, mis on olnud allutatud laboritevaheliste uurimistele. Nende juhtumite puhul, et määratleda sobivat protseduuri, on soovitatav viidata standardile ISO 21748. EURACHEM/CITAG juhendis [12] on samuti toodud juhised laboritevaheliste uurimiste teostamiseks.

6.3.2 Täiendavad allikad, mis võivad vajada erilist tähelepanu (6.3.1 iii) on:

- Proovivõtmine. Mitme labori koostöös teostatavad uurimised hõlmavad harva proovivõtmist. Kui labori sisesel kasutamisel oleva meetodiga kaasneb allproove või kui mõõdis on väikese proovipartii enamiku omadus, peaks proovivõtmise mõju olema täiendavalt uuritud ja arvessevõetud.

EA 4/16. EA Juhend määramatuse väljendamiseks kvantitatiivsel katsetamisel

- Eelkäsitlemine. Enamuse uurimiste puhul kasutatakse homogeniseeritud proove, mis võivad olla enne nende laialisaatmist täiendavalt stabiliseeritud. Võib osutada vajalikuks uurida ja lisada erilised eelkäsitlemise protseduurid konkreetse labori jaoks.
- Meetodi süstemaatiline mõõtehälve. Meetodi süstemaatilist mõõtehälvet uuritakse tihti enne või samaaegselt laboritevaheliste uurimistega, kui võimalik võrdluse teel tugimeetodite või materjalidega. Kui süstemaatiline mõõtehälve ise, standardmääramatused mis seonduvad aluseks võetud tugiväärtusega ja standardmääramatus mis on seotud hinnatus süstemaatilise hälbega on kõik väikesed võrreldes korratavuse standardhälbega, siis täiendavaid uuringuid, seoses meetodi süstemaatilise mõõtehälbega seonduva määramatusega ei ole vaja teha. Vastasel juhul osutub vajalikuks teha niisugused eraldised.
- Tingimuste variatsioon- Kõnealustest uuringutest osavõtavad laborid võivad püüda suunata oma tulemusi katsetingimuste piirkondade keskmiste väärtuste suunas, mis toob kaasa tulemuste tegeliku ulatuse allahindamise meetodi määratlemisel. Kui niisugused mõjud on siiski läbiuuritud ja hinnatud mitteolulisteks kogu lubatud kõikumiste ulatuses, siis täiendavaid jõupingutusi ei ole vaja teha.
- Muudatused proovide tüübi juures. Määramatused, mis tekivad niisuguste katsekehade kasutamisel, mille omadused ei jää uuringutega haaratud omaduste ulatusse, vajavad täiendavat arvessevõtmist.

6.4 Katse- või mõõteprotsessi kvaliteedi kontrolli andmestu.

6.4.1 Paljud katse- või mõõteprotsessid on perioodiliste kontrollide subjektideks, mille puhul mõõdetakse stabiilseid või iseloomulikke katsekehi, identifitseerimaks olulisi kõrvalekaldeid normaalsetest kasutusala. Niisugusel teel pika aja jooksul kogutud andmed on võõrtuslikuks määramatuse hindamise andmete allikaks. Niisuguste andmekogude abil määratud standardhälve annab üldhinnangu kõigi poteensiaalsete kõrvalekallete allikate poolt tekitatud varieerumistele. Siit järeldub, et juhul kui nimetatud andmed on kasutatud samadel alustel kui meetodi suutlikkuse andmestu, siis standardhälve moodustab määramatuse hindamise baasi, mis vahetult võtab arvesse peamised varieeruvuse põhjused, mida muidu oleks tulnud hinnata eraldi.

6.4.2 Antud tüüpi kvaliteeditagamise andmestu tavaliselt ei haara endasse allproovivõtmist, katsekehade erinevust, mõjusid, mis on tingitud tulemuse taseme muudatustest või katsekehade homogeensusest. Kvaliteeditagamise andmestu peaks olema toodud koos hoiatusega samalaadsete materjalide eest ja võimalike mööndustega mis sellest tingituna võivad tekkida.

6.4.3 Üksikud kvaliteediandmestu punktid, mis võiksid põhjustada mõõte- ja katsetulemuste tühistamist, peaksid tavaliselt olema jäetud välja standardhälbe arvutustest.

6.5 Tasemekatsete andmed

6.5.1 Tasemekatsed on ette nähtud, et perioodiliselt kontrollida labori üldist suutlikkust ja on selleks otstarbeks parim moodus (EA –3/04 [10] ja selle põhimõtted). Andmeid, mis on saadud labori tasemekatsetes osalemisel, võib olla kasutada selle labori poolt hinnatud määramatuse kontrolliks, kuna see määramatus peaks olema kokkulangev selle labori varasemate tasemekatsete tulemuste ulatusega.

6.5.2 Üldjuhul on nii, et tasemekatseid ei viida läbi piisavalt sageli, et võimaldada hinnata ühe konkreetse labori suutlikkust mingi meetodi osas. Lisaks sellele, muutuvad tavaliselt ka ringlevate katsekehade olemus ja oodatavad tulemused. Nii osutub raskeks koguda niisuguseid andmeid, mis piisavalt hästi iseloomustaksid katsekehasid. Veelgi enam,

paljud skeemid kasutavad laborite suutlikkuse hindamiseks konsensuslikke väärtusi, mis mõne labori puhul viib vahetevahel silmnähtavalt väärade tulemusteni. Vastavalt sellele, on tasemekatsete kasutamise võimalused määramatuse hindamiseks piiratud. Siiski, erijuhtudel, kui:

- Katsetustel kasutatavad katsekehad on sarnased eelnevalt katsetatud katsekehadega.
- Igas katsevoorus omistatud väärtus on jälgitav sobivate etalonaineteni ja
- määramatus, mis on seotud omistatud väärtusega, on väike võrreldes tulemuste lahknemisega,

siis erinevuste dispersioon saadud ja korduvate katsete tulemuste põhjal omistatud väärtuste vahel, moodustab mõõtemetodi määramatuse hindamise baasi antud skeemi sees.

6.5.3 Arvesse peab olema võetud ka osalejate poolt saadud väärtuste ja jälgitavate omistatud väärtuste vaheline süstemaatiline hälve (niisugused, mis on saadud seoses laboritavahelise uuringu andmetega kooskõlas ISO 5725 nõuetega).

6.5.4 On tähele pandud, et eeltoodud lähenemine on suhteliselt piiratud. EUROLAB-I viimased juhised soovivad, et tasemekatsete andmed võiksid mõningatel juhtudel olla laiemalt kasutatavad määramatuse eelneval hindamisel.

6.6 Määramatuse komponentide olulisus

6.6.1 Mitte kõik määramatuse hindamise käigus identifitseeritud määramatuse allikad ei moodusta liitmääramatuse olulist osa; kahtlemata on nii, et ainult väike arv allikaid annavad olulise osa sellest. Need mõned vajavad tõesti hoolikat uurimist, et saada nende komponentide realistlikke hinnanguid. Seega võiks teostada iga määramatuse komponendi või nende kombinatsiooni eelnev hindamine ja vajadusel teha vastavad otsused osutades enam tähelepanu neile komponentidele, mis on olulisemad.

6.6.2 Otsustamisel, millised määramatuse komponendid võib kõrvale jätta, on oluline pidada silmas:

- Suurima ja väikseima komponendi suhtelist suurust. Näiteks, komponent, mis moodustab ühe viiendiku suurimast, annab ligikaudu 2 % liitstandardmääramatusest.
- Avaldatud määramatuse mõju. On ettevaatamatu teha niisuguseid lähendusi, mis reaalset mõjutavad avaldatud määramatust või tulemuste interpreteerimist.
- Määramatuse hindamise ranguse heakskiidetud taset, võttes arvesse kliendi ja seadusandlike ja muid identifitseeritud väliseid nõudeid, mis on saadud näiteks, lepingu ülevaatuse käigus.

6.7 Eelneva uurimise andmestu kasutamine

Et kasutada eelnevaid meetodi uurimise andmeid määramatuse hindamiseks, on vajalik demonstreerida nende õigsust enne nende kasutamist. Tavaliselt sisaldab see:

- Demonstreerimist, et eelnevalt saavutatud täpsus, või olla saavutatav uuesti saavutatav

EA 4/16. EA Juhend määramatuse väljendamiseks kvantitatiivsel katsetamisel

- Demonstreerimist, et eelnevalt saadud andmete süstemaatilise hälbe kasutamine on heaks kiidetud, mida tavaliselt tehakse sobivatele etalonainetele süstemaatilise hälbe määramisega (vt. näiteks ISO Guide 33 [4]), sobiva tasemekatse skeemi rahuldava rakendamise või teiste laboritevaheliste võrdluste kaudu.
- Järgnevat statistilist suutlikkuse kontrolli nii nagu see toimub regulaarse katsekehade kvaliteedi kontrolli käigus ja efektiivset analüütilise kvaliteeditagamise protseduuri rakendamist.

Kui ülalloeletud tingimused on täidetud ja meetodit kasutatakse tema ulatuse piires, on eelneva uurimise andmestu kasutamine labori määramatuse hindamise juures tavaliselt aktsepteeritav (kaasa arvatud meetodi valideerimine).

Niisuguste meetodite puhul, mida kasutatakse vastavalt nende kehtestatud ulatustele, ja kui kooskõlastusstaadium näitab, et kõik identifitseeritud määramatuse allikad on valideerimisel arvestatud või kui on näidatud, et teiste allikate panused sellesse on tühised, siis võib korratavuse standardhälvet s_R kasutada liitstandardmääramatusena.

Kui esineb kasvõi üks oluline määramatuse allikas, mis ei ole väetud arvesse valideerimise käigus, siis nende panus määratakse kindlaks eraldi ja ühendatuna s_R -ga annab liitstandardmääramatuse.

7 KATSETULEMUSTE KAJASTAMINE KVANTITATIIVSEL KATSETAMISEL

Kvantitatiivne katse annab alati mingi väärtuse, mis peaks soovitatavalt olema väljendatud SI ühikutes. Antud peatüki juhiseid tuleks järgida kui on vajalik esitada määramatust koos tulemusega (vt. ISO/IEC 17025 [7]).

- 7.1 Kui kindlale tõenäosustasemele (tavaliselt 95%) vastav laiendmääramatus on arvutatud, siis katsetulemus y ja laiendmääramatus U peavad olema esitatud kujul $y \pm U$, mis on täiendatud tõenäosustaseme määratlusega. See määratlus sõltub tegelikkuses tõenäosusjätusest; mõned näited selle kohta on toodud allpool.

Kõik allpool toodud klauslid on antud tõenäosustasemele 95% ja vajavad kohandamist kui on vajalik sellest erinev tase.

7.1.1 Normaaljaotus

Tavaliselt on piisavalt ohutu pidada normaaljaotust enesestmõistetavaks sellest seisukohast lähtudes, et kui on tegemist lineaarse sisendsuurusega mudeliga tõenäosustasemel 95% ja kui see vastab ühele kolmest järgnevast võimalusest:

1. On tegemist ühe domineeriva määramatuse komponendiga, mis lähtub normaaljaotusest ja mille vabadusastmete arv on üle 30.
2. Kolm suurimat määramatuse komponenti on ligikaudu ühesuurused
3. Kolm suurimat määramatuse komponenti on ligikaudu ühesuurused ja tegelikud vabadusaste³ arvud on üle 30.

³ Tegelikku vabadusastet saab hinnata ühel järgneval viisil:

- lugeses selleks ühe- domineeriva komponendi vabadusastmete arv
- kasutades Welch-Satterthwaite valemit, mis on toodud MVJ ja EA-4/02
- (ligikaudne) arvestades selleks suurima komponendi vabadusastmete arvu

Esitatud liitmääramatus põhineb standardmääramatusel, mis on korrutatud katteteguriga $k=2$, ja mis vastab normaaljaotuse puhul ligikaudu tõenäosustasemele 95%.

Märkus: Kui mõõtemudel on huvipakkuvas piirkonnas oluliselt mittelineaarne, siis tavaliselt seda EI eeldata, eriti kui sisendsuuruste määramatused võrreldes nende endiga on suured. Nendel juhtudel on vajalik kasutada keerukamat hindamist, k.a. MVJ järgi kui vajalik.

7.1.2 t-jaotus

t- jaotise võib lugeda enesestmõistetavaks, kui on täidetud ülaltoodud tingimused kuid vabadusastmete arv on alla 30. Nendel juhtudel (kui sobivad numbriliste suuruste asendused on XX ja YY) võib lähtuda järgnevast:

Esitatud laiendmääramatus põhineb standardmääramatusel, mis on korrutatud katteteguriga $k=XX$, mis t- jaotuse puhul tegeliku vabadusastmete arvu $v=YY$ juures annab tõenäosustasemeks ligikaudu 95%.

7.1.3 Domineeriv (mittenormaaljaotusega) komponendid B-tüüpi määramatuse hinnangus

Kui mõõtetulemusega seonduvas määramatuses domineerib üks sisendsuurusest lähtuv mittenormaaljaotusega määramatuse komponent ja kui see on liiga suur selleks, et kõigi määramatuste koond võiks omada normaal- või t-jaotust, siis on vaja anda spetsiaalseid soovitusi ligikaudu 95% usaldusnivoole vastava katteteguri leidmiseks. Täiendavaks mudeliks, juhul kui mõõdist saab väljendada sisendsuuruste lineaarse sõltuvusena, võib tuletada mõõdise TJF sisendsuuruste TJF- de kaudu. Isegi sellisel juhul ja peaaegu alati, kui mudel on mittelineaarne, siis selle matemaatiline käsitlemine on keerukas. Praktiliseks teeks on see, kui eeldada, et tulemuse jaotus erineb vähe domineeriva komponendi jaotusest.

Paljudel juhtudel võib domineerivale mittenormaaljaotusega sisendsuurusele omistada riskülikukujulise jaotuse. Sellisel juhul võib riskülikukujulise jaotuse omistada ka mõõdisele. 95 % usaldusnivoole vastav laiendmääramatuse saame liitmääramatuse korrutamisel teguriga $0,95 \sqrt{3}=1,65$. Sellises olukorras tuleb lisada järgmine säte:

Toodud laiendmääramatuses domineerib üks eeldatavalt riskülikukujulise jaotusega määramatuse komponent. Seejuures kasutati kattetegurit $1,65 (=0,95\sqrt{3})$ selleks, et saavutada ligikaudu 95%-list usaldusnivood.

7.2 Antud dokumendiga seoses mõistet ligikaudu interpreteeritakse enamuses praktilistest kasutustest tähenduses efektiivne.

7.3 Tuleb viidata ka meetodile mille abil määramatuste hindamine teostati.

7.4 Mõnedes katsetamiste situatsioonides võib kõigi määramatuste komponentide väärtuste metrooloogiliselt korrektsne hindamine olla mittevõimalik; niisugustel juhtudel tuleb see

EA 4/16. EA Juhend määramatuse väljendamiseks kvantitatiivsel katsetamisel asjaolu selgelt välja tuua. Näiteks, kui määramatus põhineb ainult korratavusel ilma, et teisi faktoreid oleks vaadeldud, siis tuleb see täpselt kajastada.

7.5 Kuni proovivõtmise määramatus on täielikult arvesse võetud, peaks olema tehtud selgeks, et tulemus ja sellega seonduv määramatus laieneb ainult konkreetsetele katsekehadele ja ei laiene ühele partiile, millest katsekehad võisid pärineda.

7.6 Toodava määramatuse kümnendkohtade arv peaks alati kajastama mõõtmiste tegelikku võimekust. Vaadates määramatuse hindamise protsessi, on harva õigustatud rohkem kui kahe tüvekohalise arvu toomine. Tihti piisab ka ühe tüvekohaga arvust. Sellele lähtuvalt peaks tulemuse numbriline väärtus olema ümardatud nii, et selle viimane tüvekoht langeks kokku määramatuse viimase tüvekohaga. Mõlemal juhul tuleb kasutada tavalisi ümardamise reegleid.

Näiteks, kui on saadud tulemuseks 123,456 ühikut ja määramatus hindamise tulemuseks on saadud 2,27 ühikut, siis määramatuse esitamisel kahekohalisena, saame ümardatud tulemuseks 123,5 ühikut \pm 2,3 ühikut.

7.7 Katsetulemust väljendatakse tavaliselt kujul $y \pm U$. Siiski võib ette tulla juhtumeid, kus ülemine ja alumine veapiir on erinevad; näiteks kui on tegemist koosinusveaga. Kui need erinevused on väikesed, siis on kõige praktilisem kajastada laiendmääramatust \pm suurimaga nendest. Siiski, kui on tegemist oluliste erinevustega ülemise ja alumiste suuruse vahel, siis peks neid hindama ja kajastama eraldi. Seda võib saavutada näiteks kui määrata kindlaks tulemuse väikseim kattevahemik soovital valdusnivool.

Näiteks määramatuse + 6,5 ühikut ja – 6,7 ühikut puhul praktilisel eesmärgil võib kehtestada väärtuse \pm 6,7 ühikut. Siiski, kui väärtused oleksid + 6,5 ühikut ja – 9,8 ühikut, siis tuleks nad üksteisest eraldada, s.t + 6,5 ühikut; – 9,8 ühikut.

8 MÄÄRAMATUSE KONTSEPTSIOONI JÄRK-JÄRGULINE JUURUTAMINE

On mõistetav, et teadmised matemaatilisesst modelleerimisest ja erinevate mõjude kindlakstegemisest on üldiselt erinevate katsetusvaldkondade puhul erinevad.

See asjaolu peab olema arvesse võetud, kui kasutatakse ISO/IEC 17025. Laboritelt ei või üldjuhul eeldada teaduslike uuringute alustamist, et hinnata nende poolt teostatavate mõõtmistega ja katsetustega seonduvaid määramatusi. Vastavad akrediteerimisasutuste nõuded võiksid olla kohandatud vastavalt antud katsetuste jooksvale teadmiste tasemele.

Kui matemaatiline mudel, mis on mõõtemääramatuse hindamise aluseks, ei ole teada, siis labor võib:

- üles loetleda need suurused ja parameetrid, mis omavad eeldatavalt olulist mõju määramatusele ja hindama nende osatähtsust kogu määramatuses
- kasutada korratavuse ja taasesitatavuse andmeid, mis võivad olla kättesaadavad meetodi valideerimisest, sisemisest kvaliteedikontrollist või laboritevahelistest võrdluskatsetest.
- Viidata asjakohastes katsestandardites toodud andmetele ja protseduuridele
- Kombineerida ülaltoodud võimalustega.

Laborid peaksid püüdlema selle poole, et muuta täpsemaks oma määramatuste hindamisi, arvestades näiteks järgmist:

- Sisemise kvaliteedikindlustamise viimased andmed, et laiendada määramatuse hindamise statistilist baasi
-
- Laboritavaheliste võrdluskatsetel osalemise uued andmed või sobivate standardite tasemekatsete uuendamised
- vastavate standardite ümbervaatused
- antud katsetuste ala spetsiifilised juhendmaterjalid.

Sellest lähtuvalt osutuvad akrediteerimisasutused võimelisteks täpsustam oma nõudeid mõõtemääramatuse suhtes vastavalt teadmiste arenguga antud alal. Pikas perspektiivis erinevused mõõtemääramatuse hindamises erinevatel tegevusaladel kaovad. Siiski peaksid laborid valima oma valdkonnas kõige sobivama lähenemise ja hindama mõõtemääramatust sellise määrani, mis on sobiv kavatsatavaks kasutamiseks.

9 MÄÄRAMATUSE HINDAMISE EELISED KATSELABORITELE

On olemas mitmed eelised, mis on seotud mõõtemääramatuse hindamisega katsetamisel, kuigi mõnikord osutub see aeganõudvaks.

- Mõõtemääramatus abistab kvantitatiivsel kujul otsustamist olulistest valdkondades, nagu riski juhtimine ja katsetulemuste usaldusväärsuse hindamine
- Mõõtemääramatuse toomine võib asendada otsest võrdlemist tulemuse lisaväärtuse ja tähenduse lisandumisega
- Teatud kindla suuruse kvantitatiivse mõju ulatuse katsetulemusele teadmine parendab katseprotseduuri usaldusväärsust. Korrigeerivad tegevused võivad olla juurutatud efektiivsemalt ja seega olla tasuvamad
- Mõõtemääramatuse hindamine on lähtekohaks katseprotseduuride optimeerimisel läbi katseprotsessi parema mõistmise
- Kliendid, nagu toote sertifitseerimisasutused vajavad informatsiooni katsetulemustega seonduvast määramatusest spetsifikatsioonile vastavuse üle otsustamisel
- Kalibreerimisega seotud kulude vähenemine võib olla tingitud sellest, et saab näidata, et need mõjurid ei moodusta arvestatavat osa määramatuses.

10 VIITED

[1] Määtemääramatuse väljendamise juhend. BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML. International Organisation for Standardization, Printed in Switzerland, ISBN 92-67-10188-9, First Edition, 1993. Corrected and reprinted 1995.

EA 4/16. EA Juhend määramatuse väljendamiseks kvantitatiivsel katsetamisel

[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 BIBLIOGRAAFIA

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

EA 4/16. EA Juhend määramatuse väljendamiseks kvantitatiivsel katsetamisel
(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 LISA

Inventory of documents (normative and non normative, existing or in the process of
drafting) on measurement uncertainty (Document established by the CEN / WG 122 and
the EA group « uncertainty ») synthesis prepared by Bernd Siebert.

Lisa: Dokumentide alfabeetiline loetelu

CEAL	Measurement uncertainty for environmental laboratories
CEN 12282	In vitro diagnostic medical devices- Measurement of quantities in samples of biological origin – Description of reference materials
CEN ISO 18153	In vitro diagnostic medical devices- Measurement of quantities in samples of biological origin – Metrological traceability of values for catalytic concentration of enzymes assigned to calibration and control materials.
CEN/ISO 17511	In vitro diagnostic medical devices- Measurement of quantities in samples of biological origin – Metrological traceability of values assigned to calibration and control materials.
CLAS Reference Document 5	General Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of Accredited laboratories' Measurement Results.
DIN (DRAFT) 32646	Chemische Analyse -Erfassungs- und Bestimmungsgrenze als Verfahrenskenn-größen - Ermittlung in einem Ringversuch unter Vergleichs-bedingungen - Begriffe, Bedeutung, Vorgehensweise
DIN 1319 Teil 3 Teil 4	DIN 1319 Teil 3."Auswertung v. Messungen einer einzelnen Messgröße, Messunsicherheit"; DIN 1319 Teil 4 "Behandlung von Unsicherheiten bei der Auswertung von Messungen"
DIN 32645	Chemische Analytik -Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze - Ermittlung unter Wiederholbedingungen - Begriffe, Verfahren, Auswertung
DIN 51309	Kalibrierung von Drehmomentmessgeräten für statische Drehmomente (Februar 1998)
DIN 58932-3	Haematology- Determination of the concentration of blood corpuscles- Par 3 Determination of the concentration of erythrocytes; Reference method
DIN 58932-4	Haematology- Determination of the concentration of blood corpuscles- Part 4: Determination of leucocytes; reference method
DKD R 7-1	Kalibrierung elektronischer nichtselbsttätiger Waagen
DKD R 7-1 Blatt 1 bis 3	Kalibrierung elektronischer nichtselbsttätiger Waagen
EA-10/03	Calibration of Pressure Balances (July 1997)
EA-10/04	Uncertainty of Calibration Results in Force Measurement (August 1996)
EA-10/14	EA Guidelines on the Calibration of Static Torque Measuring Devices (June 2000)
EA-4/02	Expression of the uncertainty of measurement in Calibration
EA-4/02 / DKD-3, E1	Angabe der Meßunsicherheit bei Kalibrierungen / Expression of the Uncertainty of Measurements in Calibration
EN 13274-1 to -8	Respiratory protective devices – Methods of test – Parts 1 to 8
EN 550(1984), EN 552 (1984), EN 554(1984), EN ISO 14967 (2000) and EN ISO 14160(1998)	Sterilization of medical devices (CEN/TC 204)
EN 875, EN 876, EN 895, EN 910, EN 1043-1, EN 1043-2, EN 1321, EN 1320, PrEN ISO 17641-2, prEN ISO 17641-3	Destructive testing of welds (CEN/TC 121/SC 5)

Lisa: Dokumentide alfabeetiline loetelu -jätkub

EN 970, EN 1290, EN 1435, EN 1713, EN 1714	Non-destructive testing of welds (CEN/TC 121/WG 13)
EN ISO 14253-1	Geometrical product specification (GPS). Inspection by measurement of workpieces and measuring equipments. Part 1 : decision rules for proving conformance or non-conformance with specifications.
EN ISO 4259	Petroleum products - Determination and application of precision data in relation to methods of test
EN 12286	In vitro diagnostic medical devices- Measurement of quantities in samples of biological origin – Presumptions of reference measurement procedures.
EN 24185	Measurement of liquid flow in closed conduits - Weighing method (ISO 4185:1980)
EN 29104	Measurement of fluid flow in closed conduits -- Methods of evaluating the performance of electromagnetic flow-meters for liquids
EN ISO 2922	Acoustics – Measurement of noise emitted by vessels on inland water ways and harbours
EN ISO 4871	Acoustics – Declaration and verification of noise emission values of machinery and equipment
EN ISO 5167	Measurement of fluid flow by means of pressure differential devices - Part 1: Orifice plates, nozzles and Venturi tubes inserted in circular cross-section conduits running full
EN ISO 6817	Measurement of conductive liquid flow in closed conduits - Methods using electromagnetic flow-meters (ISO 6817:1992)
EN ISO 9300	Measurement of gas flow by means of critical flow Venturi nozzles
EN ISO-8316	Measurement of liquid flow in closed conduits - Method by collection of the liquid in a volumetric tank (ISO 8316:1987)
ENV ISO 13530	Water Quality – Guide to analytical quality control for water analysis (ISO/TR 13530:1997)
EURACHEM	Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement
EUROLAB	EUROLAB Technical Report “Measurement Uncertainty – a collection for beginners”
FD X 07-021	Fundamental standards - Metrology and statistical applications - Aid in the procedure for estimating and using uncertainty in measurements and test results (AFNOR)
GUM	Guide to the Expression of uncertainty in measurement
Hanser Verlag	Method for the estimation of uncertainty of hardness testing machines; PC file for the determination (NOTE: This is a comprehensive technical book, but not discussed in the context of this inventory.)
ISO TS 14253-2	GPS - Inspection by measurement of workpieces and measuring equipment -- Part 2: Guide to the estimation of uncertainty in GPS measurement, in calibration equipment and in product verification
ISO 11200-ISO 11205	Acoustics – Determination of emission sound pressure levels of noise sources (series of standards in 6 parts)
ISO 11453	Statistical interpretation of data - Tests and confidence intervals relating to proportions (1996)
ISO 11843-1	Capability of detection - Part 1: Terms and definitions (1997)
ISO 11843-2	Capability of detection - Part 2: Methodology in the linear calibration case (2000)
ISO 13752	Air quality - Assessment of uncertainty of a measurement method under field conditions using a second method as reference (1998)

Lisa: Dokumentide alfabeetiline loetelu -jätkub

ISO 14111	Natural gas - Guidelines for traceability in analysis –
ISO 15195	Clinical Laboratory medicine – Requirements for reference measurement Laboratories
ISO 16269-7	Statistical interpretation of data - Part 7: Median - Estimation and confidence interval (2001)
ISO 3095	Acoustics – Measurement of noise emitted by railbound vehicles.
ISO 3534-1	Statistics - Vocabulary and symbols - Part 1: Probability and general statistical terms (1993)
ISO 3534-2	Statistics - Vocabulary and symbols - Part 2: Statistical quality control (1993)
ISO 3534-3	Statistics - Vocabulary and symbols - Part 3: Design of experiments (1999)
ISO 362	Acoustics – Measurement of noise emitted by accelerating road vehicles –Engineering Method
ISO 3740-3747	Acoustics – Determination of sound power levels of noise sources using sound pressure (series of standards in 8 parts).
ISO 5479	Statistical interpretation of data - Tests for departure from the normal distribution (1997)
ISO 5725-1	Accuracy (trueness and precision) of measurement method and results - Part 1: General principles and definitions (1994)
ISO 5725-2	Accuracy (trueness and precision) of measurement method and results - Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method (1994)
ISO 5725-3	Accuracy (trueness and precision) of measurement method and results - Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method (1994)
ISO 5725-4	Accuracy (trueness and precision) of measurement method and results - Part 4: Basic method for the determination of the trueness of a standard measurement method (1994)
ISO 5725-5	Accuracy (trueness and precision) of measurement method and results - Part 5: Alternative methods for the determination of the precision of a standard measurement method (1998)
ISO 5725-6	Accuracy (trueness and precision) of measurement method and results - Part 6: Use in practice of accuracy values (1994)
ISO 6142	Gas analysis - Preparation of calibration gas mixtures - Gravimetric method
ISO 6143	Gas analysis - Comparison method for determining and checking the composition of calibration gas mixtures
ISO 6144, ISO 6145-1, ISO/TR 14167, ISO/DIS 14912, etc.	Gas analysis - Volumetric methods and quality aspects (<i>several documents</i>)
ISO 6879	Air quality - Performance characteristics and related concepts for air quality measuring methods (1995)
ISO 6974-1	Natural gas - Determination of composition with defined uncertainty by gas chromatography - Part 1: Guidelines for tailored analysis
ISO 7574-1 to ISO 7574-4	Acoustics – Statistical methods for determining and verifying noise emission values of machinery and equipment (series of standards in 4 parts).....
ISO 8466-1	Water quality - Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics - Part 1: Statistical evaluation of the linear calibration function (1990)
ISO 8466-2	Water quality - Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics - Part 2: Calibration strategy for non-linear second order calibration functions(1993)

Lisa: Dokumentide alfabeetiline loetelu -jätkub

ISO 9169	Air quality - Determination of performance characteristics of a measurement method (1996)
ISO 9614-1 to ISO 9614-3	Acoustics – Determination of sound power levels of noise sources using sound intensity (series of standards in 3 parts)..
VIM	International vocabulary of basic and general terms in metrology (1993)
ISO CD 7507-1	Petroleum and liquid petroleum products - Calibration of vertical cylindrical tanks - Part 1: Strapping Method
ISO DIS 11222	Air quality – Determination of the uncertainty of the time average of air quality measurements
ISO DIS 14956	Air quality — Evaluation of the suitability of a measurement procedure by comparison with a required measurement uncertainty
ISO TR 10017	Guidance on statistical techniques for ISO 9001:1994 (1999)
ISO TR 13425	Guide for the selection of statistical methods in standardization and specification (1995)
ISO TR 13530	Water quality - Guide to analytical quality control for water analysis (1997)
ISO TR 13843	Water quality - Guidance on validation of microbiological methods (2000)
ISO TR 20461	Bestimmung der Messunsicherheit von Volumenmessungen nach dem geometrischen Verfahren
ISO/TR 5168	Measurement of fluid flow - Evaluation of uncertainties
ISO/TR 7066-1	Assessment of uncertainty in calibration and use of flow measurement devices - Part 1: Linear calibration relationships
M3003 (UKAS)	The expression of uncertainty and confidence in measurement
NEN 3114	Accuracy of measurements - Terms and definitions (1990)
NEN 6303	Vegetable and animal oils and fats - Determination of repeatability and reproducibility of methods of analysis by interlaboratory tests (1988, in Dutch)
NEN 7777 Draft	Environment - Performance characteristics of measurement methods (2001 in Dutch)
NEN 7778 Draft	Environment - Equivalency of measurement methods(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 –

EA 4/16. EA Juhend määramatuse väljendamiseks kvantitatiivsel katsetamisel

Lisa: Dokumentide alfabeetiline loetelu -jätkub

SINAL DT-0002/1	Guida per la valutazione e la espressione dell'incertezza nelle misurazioni, esempi applicativi di valutazioni dell'incertezza nelle misurazioni elettriche –
SINAL DT-0002/3	Guida per la valutazione e la espressione dell'incertezza nelle misurazioni, avvertenze per la valutazione dell'incertezza nel campo dell'analisi chimica –
SINAL DT-0002/4	Guida per la valutazione e la espressione dell'incertezza nelle misurazioni, esempi applicativi di valutazione dell'incertezza nelle misurazioni chimiche
SINAL DT-0002/5	Guida per la valutazione e la espressione dell'incertezza nelle misurazioni, esempio applicativo per misurazioni su materiali strutturali
SIT Doc-519	Introduzione ai criteri di valutazione dell'incertezza di misura nelle tarature.
SIT/Tec-003/01	Linea guida per la taratura di bilance –
TELARC Technical Guide Number 5	Precision and Limits of Detection for Analytical Methods
UKAS Publ. ref: LAB12	The Expression of Uncertainty in Testing
VDI 24449-Part 3	Measurement methods test criteria – General method for the determination of the uncertainty of calibratable measurement methods
VDI/VDE 2620 Entwurf	Unsichere Messungen und ihre Wirkung auf das Messergebnis (Dez. 1998)
VDI/VDE 2622, BI 2 Entw	Kalibrieren von Messmitteln für elektrische Größen - Methoden zur Ermittlung der Messunsicherheit (Okt. 1999)