

Zkušební metody a jejich validace

Vyjadřování nejistot měření v kvantitativním zkoušení

Petr Misák

Vysoké učení technické v Brně, Fakulta stavební, Ústav stavebního zkušebnictví

Brno 2017



Definice a požadavky pro validaci zkušebních a kalibračních laboratoří

- **Validace** – potvrzení prostřednictvím poskytnutí objektivních důkazů, že požadavky na specifické zamýšlené použití nebo na specifickou aplikaci byly splněny.
- ČSN EN ISO/IEC 17025 „Všeobecné požadavky na způsobilost zkušebních a kalibračních laboratoří“

ČSN EN ISO/IEC 17025

„Validace metod zkoušení, analýz a měření znamená, že laboratoř má prokázat a dokumentovat, že metody laboratoří používané a dokumentované jsou platné a vedou k určení pravých hodnot příslušných vlastností včetně stanovení nejistoty a určení limitů platnosti.“

Validace může být dosaženo využitím následujících principů:

- Použitím **mezilaboratorního porovnání**, zkoušení způsobilosti nebo referenčních materiálů k prokázání úplnosti řetězce zkoušek a nebo analýz, který dává uvedené výsledky včetně nejistoty a v požadovaném rozsahu.
- Použitím **vědeckých poznatků** a ověřených zkušeností popsat a demonstrovat správnost (validitu) odpovídajících faktorů.

ČSN EN ISO/IEC 17025

- *„Zkušební laboratoře musí mít a používat postupy pro odhad nejistot měření.“*
- *„Při odhadování nejistoty měření musí být za použití vhodných metod analýzy vzaty v úvahu všechny složky nejistoty, které jsou v dané situaci důležité.“*

- Nejen v technické praxi nejsou žádná měření, měřící zařízení ani metoda absolutně přesné.
- \Rightarrow odchylka mezi naměřenou a skutečnou hodnotou sledované veličiny
- Výsledek měření se vždy pohybuje v jistém „**tolerančním poli**“ kolem skutečné hodnoty, kterou prakticky nikdy neznáme.
- Výsledný rozdíl mezi oběma hodnotami je někdy tvořen i velmi složitou kombinací dílčích faktorů.

Znaky kvality měření:

- přesnost měření,
- opakovatelnost výsledků měření,
- reprodukovatelnost výsledků měření a
- nejistotu měření.

- **začátek rok 1977:**

poznání, že neexistuje jednotný mezinárodně uznávaný přístup k provádění odhadů a stanovování nejistot měření vedl k tomu, že **Mezinárodní výbor pro míry a váhy (CIPM)** přidělil **Mezinárodnímu úřadu pro míry a váhy (BIML)** zakázku na vyřešení tohoto problému.

- **rok 1980 doporučení INC-1:**

„Vyjadřování experimentálních nejistot“

Toto doporučení bylo schváleno CIPM 1986

Za vrcholový dokument lze považovat Směrnici, kterou vydaly mezinárodní orgány ISO, IEC, OIML a BIPM pod názvem **Guide to Expression of the Uncertainty of Measurement (GUM)**.

Cíle dokumentu:

- jednotnost vyjadřování nejistot měření,
- posuzování nejistot měření v kalibračních laboratořích a jejich uvádění v kalibračních certifikátech.

V ČR byl pojem **nejistota měření** zaveden do etalonáže a měření vydáním technických předpisů metrologických:

- TPM 0050 – 92 „Etalony - Vyjadřování chyb a nejistot”,
- TPM 0051 – 93 „Stanovení nejistot při měření”.

V současné době se politika v oblasti vyhodnocování výsledků a kvantitativním vykazováním jejich spolehlivosti o související nejistoty řídí metodikou doporučenou ČIA v souvislosti s aplikací normy **ČSN EN ISO/IEC 17025**.

- EA 4/02, Vyjadřování nejistot měření při kalibracích, ČNI, 2001.
- EA 4/16, Směrnice EA o vyjadřování nejistoty v kvantitativním zkoušení, ČIA, o.p.s., 2004.

Hodnota hledané veličiny je stanovena nepřímo pomocí hodnot jiných veličin prostřednictvím funkčního vztahu

$$Y = f(X_1, \dots, X_N), \quad (1)$$

kde Y je měřená veličina nabývající hodnot y a X_1, \dots, X_N jsou jiné veličiny nabývající hodnot x_1, \dots, x_N .

Odhad y veličiny Y je dán vztahem

$$y = f(x_1, \dots, x_N). \quad (2)$$

Výsledek měření, stanovený ze souboru n měření realizovaných za stejných podmínek, je reprezentován **nejlepším odhadem očekávané hodnoty veličiny Y** , tedy aritmetickým průměrem

$$\bar{y} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n f(x_{1i}, \dots, x_{Ni}). \quad (3)$$

- **Nejistotou měření** (výsledku měření) rozumíme parametr charakterizující rozsah (interval) hodnot okolo výsledku měření, který je možné odůvodněně přiřadit hodnotě měřené veličiny.
- Základem určování nejistoty je **statistický přístup**. Předpokládá se určité rozdělení pravděpodobnosti, které udává pravděpodobnost, s jakou se v intervalu daném nejistotou nachází skutečná hodnota měřené veličiny.
- Základní charakteristikou nejistoty je tzv. **standardní nejistota u** .

Standardní nejistota typu A

- je způsobována **náhodnými chybami**, jejichž příčiny se všeobecně považují za neznámé.
- Předpokladem je **normálního rozdělení pravděpodobnosti** těchto chyb.
- Stanovuje se z opakovaných měření za **stejných podmínek**.
- Charakteristikou je **výběrová směrodatná odchylka**

$$s_0(x_i) = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{j=1}^n (x_{ij} - \bar{x}_i)^2}. \quad (4)$$

Standardní nejistota typu A

$$u_A(x_i) = k_{uA} \frac{s_0(x_i)}{\sqrt{n}} \quad (5)$$

kde k_{uA} je koeficient rozšíření závislý na počtu měření

n	2	3	4	5	6	7	8	9	10 a více
k_{uA}	7	2,3	1,7	1,4	1,3	1,3	1,2	1,2	1

- je způsobována **známými a odhadnutelnými vlivy**, proto nezávisí na počtu měření.
- Standardní nejistota typu B j -tého vlivu na přímo měřenou veličinu x_i se určí podle vztahu

$$u_{B_j}(x_i) = \frac{Z_{max_j}}{\chi_j} \quad (6)$$

kde Z_{max_j} je maximální možná odchylka způsobená daným vlivem j a χ_j je převodní koeficient příslušného rozdělení pravděpodobnosti.

Standardní nejistota typu B

- normální rozdělení $\chi_j = 2$
- rovnoměrné rozdělení $\chi_j = \sqrt{2}$
- Celková standardní nejistota typu B veličiny X_i je dána vztahem:

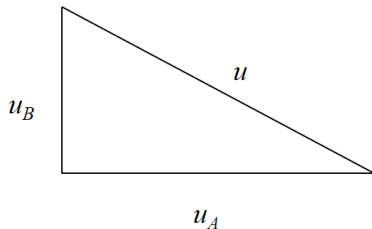
$$u_B(x_i) = \sqrt{\sum_{j=1}^m [u_{B_j}(x_i)]^2}, \quad (7)$$

kde m je počet vlivů na přímo měřenou veličinu X_i .

Kombinovaná standardní nejistota

je kvadratickým sloučením nejistot typu A a B

$$u(x_i) = \sqrt{u_A(x_i)^2 + u_B(x_i)^2}. \quad (8)$$



- určuje vztah mezi standardní kombinovanou nejistotou hodnoty y veličiny Y a standardními kombinovanými nejistotami hodnot x_i veličin X_i .
- nezávislé veličiny X_i

$$u(y)^2 = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f(x_1, \dots, x_N)}{\partial x_i} \right)^2 u(x_i)^2 \quad (9)$$

- závislé veličiny X_i

$$u(y)^2 = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f(x_1, \dots, x_N)}{\partial x_i} \right)^2 u(x_i)^2 + 2 \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N \left(\frac{\partial f(x_1, \dots, x_N)}{\partial x_i} \frac{\partial f(x_1, \dots, x_N)}{\partial x_j} \right) C(x_i, x_j), \quad (10)$$

kde $C(x_i, x_j)$ je kovariance veličin X_i a X_j .

- určuje interval, ve kterém se s danou pravděpodobností dá očekávat skutečná hodnota měřené veličiny Y
- odhaduje se vztahem

$$U = k \cdot u(y), \quad (11)$$

kde k je koeficient rozšíření, $k = 2$ ve většině případů

- **V intervalu takto vypočtené rozšířené nejistoty se skutečná hodnota měřené veličiny nachází s asi 95% pravděpodobností.**

Příklad – přímé měření

Stanovení hodnoty odrazu
Schmidtovým tvrdoměrem



č. měření	[-]
1	33
2	35
3	36
4	40
5	34
6	36
7	38
8	34
9	34
10	33

Přímé měření – Stanovení standardní nejistoty typu A

Počet platných měření:	$n = 10$
Aritmetický průměr:	$\bar{x} = 35 [-]$
Výběrová směrodatná odchylka:	$s_0 = 2,26 [-]$
Koeficient rozšíření:	1
Standardní nejistota typu A:	

$$u_A = k_{uA} \frac{s_0}{\sqrt{n}} = 0,72 [-] \quad (12)$$

Přímé měření – Stanovení standardní nejistoty typu A

Veličiny ovlivňující nejistotu měření	Z_{max}	X_i	u_{B_i}
Nejistota spojená s přípravou zkoušky	0,4	2	0,177
Chyba čtení délky	0,5	$\sqrt{3}$	0,289
Nejistota kalibrace měřidla	0,8	2	0,400

$$u_B = \sqrt{\sum_{j=1}^m (u_{B_j})^2} = \sqrt{0,177^2 + 0,289^2 + 0,400^2} = 0,516 [-]$$

(13)

Přímé měření – Stanovení standardní nejistoty typu A

- Kombinovaná standardní nejistota

$$u = \sqrt{u_A^2 + u_B^2} = \sqrt{0,716^2 + 0,516^2} = 0,996 [-] \quad (14)$$

- Rozšířená nejistota

$$U = k \cdot u = 2 \cdot 0,996 = 1,9 [-] \quad (15)$$

- Výsledek měření společně s vypočtenou nejistotou zapíšeme ve tvaru:

$$y = y \pm U = 35 \pm 2 [-] \quad (16)$$

Příklad – stanovení pevnosti betonu v tlaku

Číslo měření	Síla [kN]	Šířka tělesa [mm]	Délka tělesa [mm]
1	974	149,3	150,0
2	997	150,2	150,1
3	1006	149,1	149,8

$$f_c = \frac{F}{A} = \frac{F}{a \cdot b} \quad [N/mm^2] \quad (17)$$

Stanovení síly – standardní nejistota typu A

Počet platných měření:	$n = 3$
Aritmetický průměr:	$\bar{F} = 992 \text{ kN}$
Výběrová směrodatná odchylka:	$s_0(F) = 16,50 \text{ kN}$
Koeficient rozšíření:	$k_{uA} = 2,3$
Standardní nejistota typu A:	

$$u_A(F) = k_{uA} \frac{s_0(F)}{\sqrt{n}} = 21,91 \text{ kN} \quad (18)$$

Vlivy:

- chyba čtení
- kalibrace lisu – kalibrační list: 0,3 % naměřené hodnoty

$$Z_{max} = 0,003 \cdot 992 = 2,97 \text{ kN} \quad (19)$$

$$u_B(F) = \frac{Z_{max}}{\chi} = \frac{2,97}{2} = 1,48 \text{ kN} \quad (20)$$

Stanovení síly – standardní kombinovaná nejistota

$$u(F) = \sqrt{u_A(F)^2 + u_B(F)^2} = 21,95 \text{ kN} \quad (21)$$

Stanovení šířky – standardní nejistota typu A

Počet platných měření:	$n = 3$
Aritmetický průměr:	$\bar{F} = 149,5 \text{ mm}$
Výběrová směrodatná odchylka:	$s_0(a) = 0,59 \text{ mm}$
Koeficient rozšíření:	$k_{uA} = 2,3$
Standardní nejistota typu A:	

$$u_A(a) = k_{uA} \frac{s_0(a)}{\sqrt{n}} = 0,78 \text{ mm} \quad (22)$$

Stanovení šířky – standardní nejistota typu B

Veličiny ovlivňující nejistotu měření	Z_{max}	χ_i	$u_{B_i} = \frac{Z_{max}}{\chi_i}$
chyba čtení	0,02	$\sqrt{3}$	0,011547
teplotní roztažnost	0,001	$\sqrt{3}$	0,000577
přesnost měřidla	0,01	$\sqrt{3}$	0,005774
nejistota kalibrace	0,01	2	0,005

Stanovení šířky – standardní kombinovaná nejistota

Standardní nejistota typu B

$$u_B(a) = \sqrt{\sum_{i=1}^3 u_{B_i}(a)^2} = 0,01 \text{ mm} \quad (23)$$

Standardní kombinovaná nejistota

$$u(a) = \sqrt{u_A(a)^2 + u_B(a)^2} = 0,78 \text{ mm} \quad (24)$$

Určí se stejným způsobem jako nejistota měření šířky tělesa

$$u(b) = 0,20 \text{ mm} \quad (25)$$

Výpočet celkové nejistoty stanovení pevnosti v tlaku

$$\frac{\partial f_c}{\partial F} = \frac{1}{a \cdot b} = \frac{1}{149,5 \cdot 150,0} \cdot 1000 = 0,0446 \quad (26)$$

$$\frac{\partial f_c}{\partial a} = -\frac{F}{a^2 \cdot b} = -\frac{992}{149,5^2 \cdot 150,0} \cdot 1000 = -0,2959 \quad (27)$$

$$\frac{\partial f_c}{\partial b} = -\frac{F}{a \cdot b^2} = -\frac{992}{149,5 \cdot 150,0^2} \cdot 1000 = -0,2951 \quad (28)$$

Výpočet celkové nejistoty stanovení pevnosti v tlaku

Předpoklad – Všechny přímo měřené veličiny jsou statisticky nezávislé.

$$\begin{aligned}u(f_c) &= \sqrt{\left(\frac{\partial f_c}{\partial F}\right)^2 u(F)^2 + \left(\frac{\partial f_c}{\partial a}\right)^2 u(a)^2 + \left(\frac{\partial f_c}{\partial b}\right)^2 u(b)^2} = \\ &= \sqrt{0,959 + 0,053 + 0,003} = 1,007 \text{ N/mm}^2\end{aligned}\quad (29)$$

Výpočet celkové nejistoty stanovení pevnosti v tlaku

- Rozšířená nejistota zaručující přibližně 95% spolehlivost je potom rovna

$$U(f_c) = k \cdot u(f_c) = 2 \cdot 1,007 = 2,014 \text{ N/mm}^2. \quad (30)$$

- Výsledek měření společně s vypočtenou nejistotou zapíšeme ve tvaru

$$f_c = \bar{f}_c \pm U(f_c) = 44,3 \pm 2,1 \text{ N/mm}^2, \quad (31)$$

kde výsledná nejistota je zaokrouhlena nahoru na stejný počet platných číslic jako měřená veličina.

Dotazy?

Petr Misák

petr.misak@vutbr.cz

*Vysoké učení technické v Brně
Fakulta stavební
Ústav stavebního zkušebnictví*

szk.fce.vutbr.cz