

*DOKUMENTACJA SYSTEMU  
ZARZĄDZANIA LABORATORIUM*

*Procedura szacowania niepewności*

**Szacowanie niepewności oznaczania / pomiaru zawartości ... metodą ...**

	Data	Imię i Nazwisko	Podpis
<b>Opracował</b>			
<b>Sprawdził</b>			
<b>Zatwierdził</b>		(Kierownik Laboratorium)	

**Procedura szacowania niepewności przy oznaczaniu / pomiarze ..... metodą  
.....**

Procedurę szacowania niepewności opracowano na podstawie wymagań:

- PO/...,
- PB/...,
- .....,

oraz przy uwzględnieniu zaleceń przewodnika *Wyrażanie niepewności pomiaru. Przewodnik, tłumaczenie, wydanie GUM Warszawa 1999* oraz zaleceń zawartych w *Biuletynie Informacyjnym POLLAB nr 1/39/2003*.

**Oszacowanie niepewności podzielono na 7 kroków tj.:**

**Krok 1** Określenie wielkości mierzonej, wyrażenie równaniem matematycznym związku wielkości mierzonej (wyjściowej) z wielkościami wejściowymi. Zidentyfikowanie wszystkich źródeł niepewności.

**Krok 2** Obliczenie niepewności standardowych pojedynczych składników.

**Krok 3** Zidentyfikowanie kowariancji (skorelowanie wielkości wejściowych).

**Krok 4** Obliczenie wyniku pomiaru na podstawie danych wejściowych.

**Krok 5** Obliczenie niepewności złożonej.

**Krok 6** Obliczenie niepewności rozszerzonej.

**Krok 7** Podanie wyniku wraz z oszacowaną niepewnością.

***Krok 1 Identyfikacja źródeł niepewności***

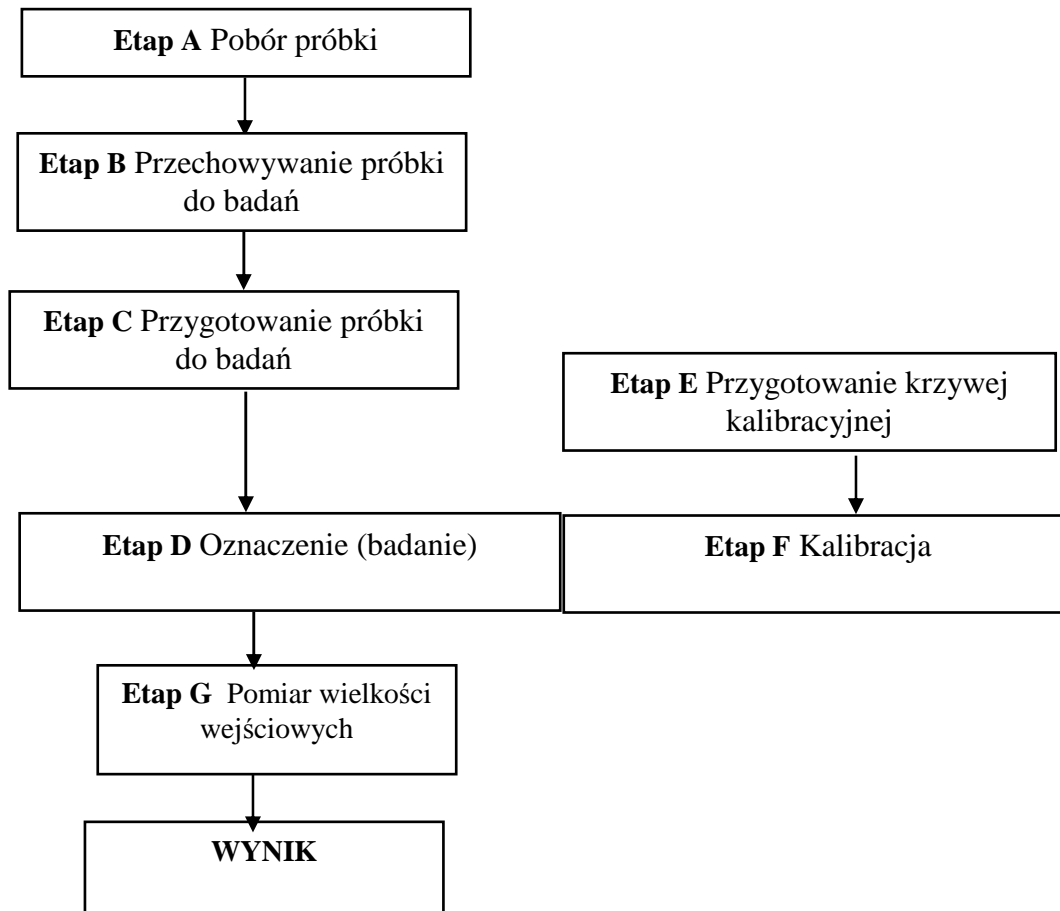
Wielkością wyjściową jest ..... (c) obliczana wg wzoru:

$$C = \dots \quad (1)$$

gdzie wielkościami wejściowymi (źródłami niepewności) są:

c – .....  
.....

Na całkowity model procesu badań / pomiarów składają się następujące etapy:



**Zidentyfikowanie wszystkich źródeł niepewności.**

#### **Etap A**

Pobór próbki nie jest uwzględniany w procedurze – (jeśli materiał do badań dostarcza zleceniodawca).

#### **Etap B**

Nie dotyczy – jeśli przechowywanie próbki do badań nie wpływa na wynik oznaczenia / pomiaru.

#### **Etap C**

Np. odważyć odpowiednie proporcje komponentów, zmierzyć wymiary geometryczne, itp.

- niepewność przyrządu pomiarowego (np. ze świadectwa wzorcowania)

#### **Etap D**

Oznaczenie / pomiar polega na :

1. Zarejestrowaniu .....
2. Zmierzeniu .....
3. Obliczeniu .....

.....  
Źródła niepewności:

- precyzja oznaczenia,
- powtarzalność oznaczenia,
- czynnik ludzki (analitik).

### **Etap E**

Przygotowanie krzywej kalibracyjnej polega na .....

Źródła niepewności:

- czystość wzorca,
- .....

### Sporządzanie próbek wzorcowych

Opis sporządzania próbek wzorcowych:

.....

Technika sporządzenia wzorców. np.:

- przy pomocy wagi analitycznej odważyć odpowiednią ilość substancji.
- Dokładnie wymieszać .....
- Przesypać mieszaninę do .....
- Sprasować próbkę .....

### **Etap F**

Kalibracja ..... polega na ..... a następnie wyznaczeniu krzywej kalibracyjnej opisanej zależnością:

$$h = f(x)$$

gdzie:

h – .....,

x – .....,

Źródła niepewności:

- niepewność wzorcowania,
- współczynnik zmienności metody (precyzja),

### **Etap G**

Pomiar lub rejestracja wielkości wejściowych, np.: temperatura, ciśnienie, masa, siła.

## **Krok 2** Obliczenie niepewności standardowych pojedynczych składników.

W tym kroku określa się niepewności standardowe pojedynczych składników analizując wpływ poszczególnych etapów badań na każdą z pojedynczych niepewności.

Dane do otrzymania wartości niepewności dla każdego źródła niepewności uzyskiwane są na podstawie szacowania niepewności:

- typu A (statystyczna analiza wyników na bazie powtarzalnych pomiarów)
- typu B (doświadczenie, dane producenta, certyfikaty, świadectwa wzorcowania)

Niepewność standardowa  $u(x_j)$  dla oszacowań typu B obliczana jest następująco:

- Rozkład normalny (podane przedziały ufności)  $u(x_j) = \text{niepewność rozszerz.} / k$  ( $k=2\div 3$ ),

- Rozkład prostokątny  $u(x_j) = \frac{a}{\sqrt{3}}$  (a - dolne i górne granice odczytu),
- Rozkład trójkątny  $u(x_j) = \frac{a}{\sqrt{6}}$  (gdy wartość środkowa jest bardziej prawdopodobna niż graniczne),

### Etap A

Nie uwzględnia się - jeśli materiał do badań dostarcza zleceniodawca.

### Etap B - Przechowywanie próbki do badań

Nie uwzględnia się - jeśli przechowywanie próbki do badań nie wpływa na wynik oznaczenia / pomiaru.

### Etap C - Przygotowanie próbki

Jeśli uwzględniamy niepewność rozszerzoną ze świadectwa wzorcowania (U)

$$u(x_C) = U/2 = \dots$$

### Etap D – Oznaczenie / badanie

1. Niepewność powtarzalności wyniku (niepewność pomiaru) określona na etapie walidacji metody z serii pomiarów,  $u(x_{D\_1})$

$$s = \dots\dots\dots$$

$$s_x = \dots\dots\dots$$

$$x_{sr} = \dots\dots\dots$$

$$u(x_{D\_1}) = s_x / x_{sr} \quad (s_x - \text{odchylenie standardowe średniej})$$

2. Czynniki ludzkie – jeżeli pomijalny,  $u(x_{D\_2})=0$
3. Precyzja metody,  $u(x_{D\_3})$

$$u(x_{D\_3}) = s / x_{sr} \quad (s - \text{odchylenie standardowe})$$

$$u(x_D) = \sqrt{u(x_{D\_1})^2 + u(x_{D\_2})^2 + u(x_{D\_3})^2}$$

### Etap E - Przygotowanie krzywej kalibracyjnej

1. Czystość wzorca określona przez producenta,  $u(x_{E\_1})$

Np.  $99,5 \pm 0,5\%$  (rozkład prostokątny)

$$u(x_{E\_1}) = \frac{0,005}{\sqrt{3}} = 0,0029$$

**Etap F - Kalibracja**

Krzywą kalibracyjną opisuje równanie regresji  $y = a + bx$

Niepewność oznaczenia (odczytu, pomiaru) badanej próbki jest konsekwencją błędów, którymi są obciążone współczynniki funkcji regresji. Wynik analizy próbki  $x_i$  w rzeczywistości znajduje się w przedziale odpowiadającym przedziałowi ufności linii regresji.

Przedział ufności dla wyniku analizy jest wyznaczany na etapie walidacji, jako niepewność wzorcowania,  $u(x_{F\_1})$  - niepewność czułości ( $k$ )

Ponadto określa się precyzję metody w postaci współczynnika zmienności.

Dla stężeń wzorcowych badanych próbek określa się:

Lp.	Stężenie wzorca (x) [%]	$h = f(x)$
1		
...		
n		

współczynnik nachylenia prostej ( $k$ ) .....

odchylenie standardowe RSD .....

przedział ufności dla ( $k$ ) .....

współczynnik korelacji .....

- wartość niepewności wzorcowania,  $u(x_{F\_1})$
- odchylenie standardowe metody (RSD /  $k$ ),  $u(x_{F\_2})$
- współczynnik zmienności metody (precyzja),  $u(x_{F\_3})$

$$u(x_F) = \sqrt{u(x_{F\_1})^2 + u(x_{F\_2})^2 + u(x_{F\_3})^2}$$

**Etap G**

Pomiar wielkości wejściowych.

$$u(x_{G\_1}) = \dots\dots\dots$$

.....

$$u(x_{G\_n}) = \dots\dots\dots$$

**Krok 3, 4 i 5. Obliczenie wyniku pomiaru i niepewności złożonej**

Wielkością wyjściową jest ..... (c) obliczana wg wzoru:

$$c = \frac{A * B * \dots * n}{C * \dots * m} \quad (1)$$

gdzie wielkościami wejściowymi (źródłami niepewności) są:

- c – ..... [%, mg, MPa, V, °C, itp.],
- A - .....,
- B - .....,
- C - .....,
- .....,
- n - .....,
- m - .....,

Niepewność złożona jest oszacowana na podstawie zależności:

$$u_c = \sqrt{\left(\frac{\partial c}{\partial A}\right)^2 u^2(A) + \left(\frac{\partial c}{\partial B}\right)^2 u^2(B) + \dots + \left(\frac{\partial c}{\partial n}\right)^2 u^2(n) + \left(\frac{\partial c}{\partial C}\right)^2 u^2(C) + \dots + \left(\frac{\partial c}{\partial m}\right)^2 u^2(m)} \quad (**)$$

Dla każdej badanej próbki / pomiaru oblicza się wyrażenie  $u(c_{pr})$ , wg poniższego szablonu:

	Opis	oszacowanie ( $x_j$ )	niep stand $u(x_j)$	wsp wpływu ( $dc/dx_n$ )	składowa niep złożonej $u(x_j)^2 (dc/dx_n)^2$
<b>A</b>	.....				
<b>B</b>	.....				
<b>...</b>	.....				
<b>n</b>	.....				
<b>...</b>	.....				
<b>C</b>					
<b>m</b>					
<b>c</b>	Wynik badania / pomiaru	równanie (1)			
<b><math>u(c_{pr})</math></b>	Niepewność złożona				równanie (**)

Przy czym niepewności standardowe związane z poszczególnymi źródłami obliczane są wg zależności:

$$u(x_j) = \sqrt{\sum_{i=1}^{i=n} u(x_i)^2}$$

**Krok 6.** Obliczenie niepewności rozszerzonej.

Niepewność rozszerzoną  $U(c)$  wartości wyniku obliczamy wg wzoru:

$$U(c) = k * u(c_{pr})$$

gdzie  $k=2$  odpowiada poziomowi ufności 95% ( $k=3$  odpowiada poziomowi ufności 99%)

**Krok 7.** Podanie wyniku wraz z oszacowaną niepewnością.

Wynik pomiaru podawany jest w postaci  $C = c \pm U(c)$

Zapis taki interpretuje się tak że najlepszym oszacowaniem wielkości mierzonej  $C$  ..... jest wartość  $c$ , a w przedziale od  $c-U(c)$  do  $c+U(c)$  mieści się wartość wielkości mierzonej na poziomie ufności 95%.

#### Załączniki

1. Identyfikacja wszystkich źródeł niepewności wpływających na wynik oznaczenia - schemat
2. Model i algorytm obliczania niepewności standardowych oraz niepewności złożonej
3. Niepewność kalibracji (jeśli dotyczy)