 <p>NÁRODNÍ AKREDITAČNÍ ORGÁN</p>	<p>Český institut pro akreditaci, o.p.s. Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3</p>	Celkem 53 stran
		Zpracoval: Ing. Zdeňka Drdová
		Datum zpracování: 31.10.2018

Plán standardizace – Program rozvoje metrologie 2018

Číslo úkolu: **VII/4/18**

ZÁVĚREČNÁ ZPRÁVA

Název úkolu:

„Podklad pro průběžné sjednocování výpočtu CMC v akreditovaných kalibračních laboratořích v oboru objem“

Řešitel: Ing. Zdeňka Drdová

Spoluřešitel: Ing. Miroslava Benková, Ph.D

Schválil: Ing. Milan Badal

Datum:

Rozdělovník: 1x ÚNMZ
1x ČIA
2x oponenti

Výtisk č.:



NÁRODNÍ AKREDITAČNÍ ORGÁN

Český institut pro akreditaci, o.p.s.
Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

Celkem 53 stran

Zpracoval:
Ing. Zdeňka Drdová

Datum zpracování:
31.10.2018

Tato strana je prázdná záměrně.



Český institut pro akreditaci, o.p.s.
Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

Celkem 53 stran

Zpracoval:
Ing. Zdeňka Drdová

Datum zpracování:
31.10.2018

Obsah

1.	ÚVOD	5
1.1.	Východiska	7
1.2.	Obecně k vlastnímu řešení	7
2.	OBECNÁ PRAVIDLA PRO VYJADŘOVÁNÍ NEJISTOT A SESTAVENÍ ROZPOČTU NEJISTOT PRO STANOVENÍ CMC	9
3.	DOSAŽENÉ VÝSLEDKY	12
3.1.	Obecně	12
3.2.	Východiska a zdroje	12
3.2.1.	Základní pojmy a definice	13
3.2.2.	Postup výpočtu nejistoty	13
3.3.	Hmotnostní metoda	14
3.3.1.	Matematický model – příklad pro hmotnostní metodu	17
3.3.2.	Rozbor některých zdrojů nejistot měření	18
3.3.3.	Vážení	19
3.3.4.	Teplota vody	20
3.3.5.	Hustota vody	21
3.3.6.	Roztažnost materiálu	22
3.3.7.	Vypařování	22
3.3.8.	Vlivy pracovníka	23
3.3.9.	Ostatní vlivy	25
3.3.10.	Citlivostní koeficienty pro jednotlivé složky nejistoty	26
3.3.11.	Výpočet rozšířené nejistoty	28
3.4.	Objemová metoda	28
3.4.1.	Matematický model - příklad pro objemovou metodu	30
3.4.2.	Rozbor některých zdrojů nejistot měření	30




Český institut pro akreditaci, o.p.s.
Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

Celkem 53 stran

Zpracoval:
Ing. Zdeňka Drdová

Datum zpracování:
31.10.2018

3.4.3.	Referenční etalon	31
3.4.4.	Teplota kapaliny/vody referenčního etalonu	31
3.4.5.	Teplota kapaliny/vody kalibrované nádoby	32
3.4.6.	Koeficient roztažnosti materiálu	32
3.4.7.	Koeficient roztažnosti kapaliny/vody	33
3.4.8.	Operátor	33
3.4.9.	Ostatní vlivy	33
3.4.10.	Opakovatelnost	33
3.4.11.	Citlivostní koeficienty pro jednotlivé složky nejistoty	34
3.4.12.	Výpočet rozšířené nejistoty	35
3.5.	Kategorizace vlivů vzhledem ke kalibrovanému zařízení	36
3.6.	Kategorizace vlivů z hlediska významnosti	37
3.6.1.	Významnost vzhledem k zařízení	37
3.6.2.	Významnost vzhledem k nastavené (požadované) úrovni CMC.....	37
3.7.	Zohlednění výsledků řešení úkolů.....	38
3.8.	Nepodkročitelné hodnoty	39
4.	PŘÍSTUP KE STANOVENÍ NEJISTOTY MĚŘENÍ (PŘÍKLAD)	41
4.1.1.	Kalibrace mikropipety hmotnostní metodou	41
4.1.2.	Kalibrace nádoby objemovou metodou.....	46
5.	SHRNUTÍ.....	51
6.	ZÁVĚR.....	52
7.	POUŽITÁ LITERATURA.....	53

 NÁRODNÍ AKREDITAČNÍ ORGÁN	Český institut pro akreditaci, o.p.s. Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3	Celkem 53 stran
		Zpracoval: Ing. Zdeňka Drdová
		Datum zpracování: 31.10.2018

1. Úvod

Lze se setkat s názorem, že nejsou dostatečně harmonizované postupy hodnocení, zda má AKL správně sestavený rozpočet nejistot, a není tedy zaručeno, že zveřejněná nejnižší udávaná nejistota je pro AKL opravdu dosažitelná a že při sestavování rozpočtu nejistot nebyl zanedbán žádný relevantní vliv.

Stejně jako v dalších oborech, i pro obor objem je smyslem úkolu připravit odborné veřejnosti základní informace o vhodném způsobu sestavování rozpočtu nejistot, především pro účely stanovení nejnižší udávané rozšířené nejistoty měření a harmonizaci posuzování takto sestavených rozpočtů nejistot. V delším časovém horizontu se předpokládá postupné sjednocení základní filozofie těchto rozpočtů tak, že jednotlivé CMC laboratoře na nich postavené budou způsobilé ke vzájemnému porovnávání, takže jeho výsledky budou mít dostatečnou vypovídací schopnost a pro širokou veřejnost budou mít vyšší důvěryhodnost.

Aktuální počet akreditovaných laboratoří, které se věnují oboru objem, je 19, z nich 13 se věnuje měření statického objemu, viz

. Kromě jedné všechny tyto laboratoře mají v rozsahu kalibraci pístových odměrných zařízení (obvykle pipet), většina se u svého kalibračního postupu odvolává na ČSN EN ISO 8655-6, případně i na EURAMET cg-19.

Tabulka 1 Přehled laboratoří v oboru objem

1	2202	Český metrologický institut	<i>nejširší rozsah akreditace vč. postupu dle ČSN EN ISO 8655-6</i>
	2229	INELSEV Servis s.r.o.	průtok
	2230	AKL ZÁLEŠÁK s.r.o.	objem vzduchu v betonu
2	2235	VOLUME dm3 s.r.o.	<i>větší objemy (do 3000 m³)</i>
	2256	Brněnské vodárny a kanalizace, a.s.	průtok
	2275	Technický a zkušební ústav stavební Praha, s.p.	objem vzduchu v betonu
3	2281	LAB-MET s.r.o.	postup dle ČSN EN ISO 8655-6
4	2323	Všeobecná fakultní nemocnice v Praze	postup dle ČSN EN ISO 8655-6
5	2349	DYNEX TECHNOLOGIES, spol. s r.o.	postup dle ČSN EN ISO 8655-6
6	2351	MEDESA s.r.o.	postup dle ČSN EN ISO 8655-6
7	2353	Ústav hematologie a krevní transfuze	postup dle ČSN EN ISO 8655-6



Český institut pro akreditaci, o.p.s.
Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

Celkem 53 stran

Zpracoval:
Ing. Zdeňka Drdová

Datum zpracování:
31.10.2018

8	2359	RHH s.r.o.	postup dle ČSN EN ISO 8655-6
	2367	FLOMAG s.r.o.	průtok
9	2370	MettlerToledo, s.r.o.	postup dle ČSN EN ISO 8655-6
10	2373	Scanlab Praha s.r.o.	postup dle ČSN EN ISO 8655-6
11	2382	BioTech a.s.	postup dle ČSN EN ISO 8655-6
12	2392	Laboratoře AGEL a.s.	postup dle ČSN EN ISO 8655-6
	2393	SVCS Process Innovation s.r.o.	průtok
13	2394	KALIST AKL s.r.o.	postup dle ČSN EN ISO 8655-6

Dalšími laboratořemi, které se nějakým způsobem vztahují k měření objemu, jsou laboratoře zkušební. Spektrum jejich zaměření je ovšem velmi široké a těžko postižitelné, některé naopak využívají zkušební postupy, které výsledky kalibrace objemu využívají, ovšem tato skutečnost se dá zjistit až při velmi podrobném zkoumání jejich zkušebního postupu. Z hlediska řešení tohoto úkolu k takovým laboratořím přihlíženo nebylo, protože předpokládané přínosy nejsou, vzhledem k nutnému významnému navýšení objemu práce, nejsou rozumně odůvodnitelné.

Rozsahy měření jsou u kalibračních laboratoří od 0,5 μl do 100 000 μl , v jednom případě až 200 000 μl . Nejnížší udávané nejistoty měření se na nejnižším rozsahu pohybují u jednotlivých laboratoří od desetin nl až do několika setin μl . Na rozsazích nejvyšších se pak nejistoty pohybují mezi desetinami μl až po několik μl .

Zhruba u poloviny laboratoří je uvedeno, že v rámci CMC nebyl do nejistoty zahrnut příspěvek, který vznikl vlivem opakovatelnosti kalibrovaného zařízení a operátora. Ostatní laboratoře tuto poznámku uvedenou nemají, přesto se často nijak významně neliší hodnoty jejich nejmenší udávané nejistoty. Pravděpodobně tedy tento příspěvek (nesprávně) neuvažují také. Obdobně není zřejmé, zda velmi různorodý popis kalibrovaných zařízení odpovídá reálné potřebě odlišit, jaká zařízení je laboratoř schopna kalibrovat.



NÁRODNÍ AKREDITAČNÍ ORGÁN

Český institut pro akreditaci, o.p.s.
Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

Celkem 53 stran

Zpracoval:
Ing. Zdeňka Drdová

Datum zpracování:
31.10.2018

1.1. Východiska

Záměr, cíl, koncepce i řešení úkolu vychází do značné míry z PRM VII/5/17. I proto je v tomto úkolu kladen důraz především na technickou stránku řešení, koncepční témata a vztah k systému akreditace se až na drobnosti od vydání závěrečné zprávy zmíněného úkolu nezměnil. Z toho důvodu jsou úvodní kapitoly pojaty podstatně stručněji.

Výsledek úkolu pak v rámci posuzování ČIA poslouží odborným posuzovatelům jako vodítko, na které prvky rozpočtu nejistot klást důraz a jak k nim přistupovat z hlediska významnosti pro danou, obvykle posuzovanou AKL.

A přestože norma ČSN EN ISO/IEC 17025:2018 za dodržení specifikovaných podmínek připouští neuvažovat nejistotu výsledku měření i v případě porovnávání výsledku se specifikacemi, kvalifikovaný odhad nejistoty měření stále zůstává podstatným prvkem informace pro zákazníka, který řeší výběr laboratoře jako dodavatele kalibrace jeho měřidel.

1.2. Obecně k vlastnímu řešení


Tento úkol navazuje na předchozí úkoly PRM, které se zabývaly sjednocováním posuzování AKL v různých oborech a na úkol PRM č. VII/5/17, jeho výstupem jsou podklady pro sjednocení pohledu na vliv příspěvků k nejistotě měření statického objemu jak ze strany odborné veřejnosti, tak i všech dalších zainteresovaných osob.

Cílovými skupinami řešení jsou


- pracovníci ČIA, především vedoucí a odborní posuzovatelé,
- kalibrační laboratoře, především akreditované kalibrační laboratoře,
- zkušební laboratoře, především akreditované zkušební laboratoře,
- zákazníci výše uvedených laboratoří,
- odborná veřejnost a zájemci o kalibrace v oboru statický objem.

V rámci řešení úkolu

- byla využita Závěrečná zpráva k úkolu č. VII/05/17 z PRM 2017,

 NÁRODNÍ AKREDITAČNÍ ORGÁN	Český institut pro akreditaci, o.p.s. Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3	Celkem 53 stran
		Zpracoval: Ing. Zdeňka Drdová
		Datum zpracování: 31.10.2018

- byly stanoveny vlivy na nejistotu měření,
- tyto vlivy byly kategorizovány z hlediska jejich významnosti,
- byl vytvořen typový příklad stanovení nejistoty měření a
- připraveny podklady pro školení příslušných pracovníků ČIA a pro informování kalibračních, zkušebních a dalších laboratoří a odborné veřejnosti.

	<p>Český institut pro akreditaci, o.p.s. Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3</p>	Celkem 53 stran
		Zpracoval: Ing. Zdeňka Drdová
		Datum zpracování: 31.10.2018

2. Obecná pravidla pro vyjadřování nejistot a sestavení rozpočtu nejistot pro stanovení CMC


Mezi důležité dokumenty, ze kterých lze čerpat informace pro stanovování nejistot měření, můžeme počítat zejména dokumenty ILAC P14:01/2013 „Politika ILAC pro nejistoty při kalibraci“, JCGM 100:2008 „Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement“ (Pokyn pro vyjadřování nejistoty měření) a EA 04/02 M:2013 „Vyjádření nejistoty měření při kalibraci“. Poslední dokument zařadil ČIA do svého akreditačního systému a interpretuje jej v dokumentu MPA 30-02-13 „Politika ČIA pro metrologickou návaznost výsledků měření“.

Další užitečné informace lze získat například z dokumentů ILAC G24:2007 „Pokyny pro stanovení kalibračních intervalů měřicích přístrojů“ a ILAC G08:03/2009 „Pokyny k uvádění shody se specifikací“ nebo z dokumentu EA 04/16 G:2003 „Směrnice EA o vyjadřování nejistoty v kvantitativním zkoušení“.

Od vydání zprávy z úkolu PRM č. VII/5/17 nedošlo ke změně obecných pravidla pro vyjadřování nejistot, zde proto odkazujeme především na její kapitolu 3. Nicméně i nadále platí, že

- 1) nejistota je neoddelitelnou vlastností výsledku měření,
- 2) nejistotu je třeba pro každé měření vypočítat samostatně s ohledem na všechny proměnlivé podmínky měření;
- 3) hodnota nejnížší udávané nejistoty, jako součásti CMC dané laboratoře, je vyjádřením předpokládané nejlepší hodnoty nejistoty, která je zákazníkům k dispozici za normálních podmínek v souladu s popisem rozsahu akreditace dané laboratoře udělené signatářem dohody ILAC nebo v souladu s informacemi uveřejněnými v databázi klíčových porovnání BIPM (KCDB), vedené CIPM MRA.

Předchozí odstavce naznačují určitou změnu pohledu na běžně užívaný pojem CMC. Na základě změny textu v normě ČSN EN ISO/IEC 17011:2018, zdůrazněné připomínkou, která byla vůči ČIA vznesena v průběhu evaluace, je nutné vzít v úvahu, že pojem Calibration and Measurement Capability, známý pod zkratkou CMC, není totožný s nejnížší udávanou nejistotou, uváděnou na příloze osvědčení o akreditaci. Přestože se tato změna ještě většinou do obdobných dokumentů

 NÁRODNÍ AKREDITAČNÍ ORGÁN	Český institut pro akreditaci, o.p.s. Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3	Celkem 53 stran
		Zpracoval: Ing. Zdeňka Drdová
		Datum zpracování: 31.10.2018

ostatních akreditačních orgánů v rámci EA nepromítla, ČIA připomínku akceptoval a zavedl opatření, kterými byl zpřesněn soulad s požadavky normy ČSN EN ISO/IEC 17011:2018.

Dotčený text a definice pojmu CMC je v normě uvedena takto:

7.8.3 Rozsah akreditace musí přinejmenším obsahovat:


c) Pro kalibrační laboratoře:

- kalibrační a měřicí schopnost (CMC) vyjádřenou jako:
 - měřený parametr nebo referenční materiál,
 - metodu nebo postup kalibrace nebo měření a typ přístroje nebo materiálu, který je kalibrován nebo měřen,
 - rozsah měření a, kde je to možné, další parametry, např. kmitočet přiloženého napětí, a
 - nejistotu měření.


Je zřejmé, že za CMC lze de facto označit každý řádek tabulky POA (bez jeho pořadového čísla – to slouží pouze lepší orientaci v POA a k usnadnění komunikace), protože teprve celý řádek naplňuje výše uvedenou definici. Nadále není možné za CMC označovat pouze sloupec nejistoty, jeho název byl proto upraven na „Nejnižší udávaná rozšířená nejistota měření“, který plně vystihuje význam a obsah tohoto sloupce. V běžné komunikaci pak lze používat zkrácený výraz nejnižší nejistota. CMC je pak přiřazeno vždy k celé tabulce pro daný obor, protože právě celá tabulka popisuje schopnost laboratoře pro daný obor.

Stabilní naopak zůstává náhled na uvádění hodnoty pro jednotlivé podrozsahy oboru kalibrací, podrobnější informace jsou opět uvedeny ve zprávě z úkolu PRM č. VII/5/17.

Výše uvedené změny a další požadavky se promítly do návrhu nové šablony POA pro kalibrační laboratoře, kterou ČIA začal využívat v souvislosti s přechodem na posuzování podle revidované normy ČSN EN ISO/IEC 17025:2018. Doplněním informace o principu měření tak zákazník dostává do ruky ucelený přehled schopností dané AKL. Obor tlak je tak dalším oborem, ve kterém budou postupně informace v POA sjednocovány, a tudíž budou pro různé AKL navzájem lépe

 <p>NÁRODNÍ AKREDITAČNÍ ORGÁN</p>	<p>Český institut pro akreditaci, o.p.s. Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3</p>	Celkem 53 stran
		Zpracoval: Ing. Zdeňka Drdová
		Datum zpracování: 31.10.2018

porovnatelné.

 NÁRODNÍ AKREDITAČNÍ ORGÁN	Český institut pro akreditaci, o.p.s. Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3	Celkem 53 stran
		Zpracoval: Ing. Zdeňka Drdová
		Datum zpracování: 31.10.2018

3. Dosažené výsledky

3.1. Obecně

Výstup tohoto úkolu rozvoje metrologie má přispět k jasnějšímu chápání postupu výpočtu nejistot v oboru statický objem a následně přispět ke stanovování CMC tak, aby jednotlivé hodnoty, uváděné v osvědčeních o akreditaci, byly reálné a měly dostatečnou vypovídací schopnost.

Popsané postupy by měly přispět k harmonizaci výpočtu nejistoty v jednotlivých akreditovaných laboratořích a k lepší porovnatelnosti výsledků kalibrací. Jedná se o kalibraci následujících objemových měřidel: laboratorní sklo – odměrné kalibrované nádoby, pipety, odměrné válce, byrety, pyknometry, tanky, apod.

Je třeba poznamenat, že na základě statistických výpočtů lze vypočítat pouze komponenty nejistoty "typu A", jako je stanovení experimentální směrodatné odchylky nebo stanovení posunu měřidla na základě několika předchozích kalibrací. Všechny ostatní komponenty (typu "B") musí být vyhodnoceny na základě všech dostupných zdrojů informací a znalostí a odborných znalostí operátora. Kritéria a vzorce uvedené v tomto dokumentu jsou doporučením a nenahrazují zodpovědné hodnocení, které provede metrolog v jakékoli konkrétní aplikaci a laboratoři.


Uvedený návod byl vytvořen na základě dlouholetých zkušeností pracovníků Českého metrologického institutu v oblasti kalibrace objemových měřidel a v oblasti spolupráce v rámci pracovní skupiny statického objemu při pracovní skupině EURAMET – průtok. Tyto přístupy jsou řešením této mezinárodní spolupráce a jsou validovány mnoha mezinárodními porovnáními v uvedené oblasti, pracovní skupina v současné době pracuje na zapracování těchto poznatků do mezinárodních norem.

3.2. Východiska a zdroje

K měření statického objemu můžeme použít následující tři metody měření.

Měření objemu pomocí hmotnostní metody se získává výpočtem z rozdílu hmotnosti prázdného a naplněného měřidla a známé hustoty měřicí kapaliny. Vážení prázdného měřidla se provádí dle požadavků na vymokření.

Objemová měřidla lze kalibrovat vyplněním nebo vyprázdněním pomocí referenčního měření objemu, tj. porovnáním dvou objemů. Jedná se o sekundární

 NÁRODNÍ AKREDITAČNÍ ORGÁN	Český institut pro akreditaci, o.p.s. Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3	Celkem 53 stran
		Zpracoval: Ing. Zdeňka Drdová
		Datum zpracování: 31.10.2018

metodu kalibrace. Na nejvyšší úrovni řetězce návaznosti lze tento objem stanovit primárním způsobem vážením množství kapaliny obsažené nebo dodávané objemovým měřidlem za předpokladu, že je známa teplota a hustota kapaliny (gravimetrická metoda). Při objemové metodě je objem napouštěné nebo vypouštěné měřicí kapaliny do měřené kalibrované nádoby či tanku je odměřován za pomoci kalibrovaného etalonu (odměrná nádoba, průtokoměr).

Měření objemu se provádí také pomocí matematických výpočtů z naměřených rozměrů kalibrované nádoby či nádrže. V praxi se tato metoda používá ke kalibraci velkých objemů, kde nelze zajistit podmínky kalibrace předcházejícími metodami.

Vzhledem k přehledu laboratoří uvedených v úvodu zprávy a jejich rozsahu budou uvedeny příklady výpočtu nejistot pro hmotnostní metodu, která je vhodná pro kalibraci velmi malých objemů, a pro objemovou metodu pomocí odměrné kalibrované nádoby.

3.2.1. Základní pojmy a definice

Základní a všeobecné pojmy a přidružené termíny jsou uvedeny v GUM [1] and VIM [2] a v Mezinárodním slovníku legální metrologie (VIML).

3.2.2. Postup výpočtu nejistoty

Při výpočtu rozšířené nejistoty se doporučuje následující všeobecný postup výpočtu, který je možné aplikovat jak pro hmotnostní, tak pro objemovou metodu:

- a) Matematické vyjádření vztahu mezi měřenou veličinou a jejími vstupními veličinami,
- b) odhad hodnoty každé vstupní veličiny,
- c) stanovení standardní nejistoty pro každou vstupní veličinu,
- d) určení stupně volnosti pro každou vstupní veličinu,
- e) určení všech kovariancí mezi vstupními veličinami,
- f) výpočet odhadu hodnoty pro měřenou veličinu,
- g) výpočet koeficientu citlivosti pro každé vstupní veličinu,
- h) výpočet kombinované standardní nejistoty měřené veličiny,
- i) výpočet stupňů volnosti kombinované standardní nejistoty,



Český institut pro akreditaci, o.p.s.
Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

Celkem 53 stran

Zpracoval:
Ing. Zdeňka Drdová

Datum zpracování:
31.10.2018

- j) výběr vhodného faktoru pokrytí k dosažení požadované úrovně spolehlivosti a
- k) výpočet rozšířené nejistoty.

3.3. Hmotnostní metoda

Hmotnostní metoda je standardní metoda, kterou používají národní metrologické instituty a akreditované laboratoře pro kalibraci objemových měřidel. Metoda spočívá ve vážení přístroje po vyprázdnění a opět po naplnění vhodnou kapalinou. Rozdíl hodnot získaných při měření udává hmotnost kapaliny. Objemové nástroje jsou obvykle opatřeny referenčními čarami nebo značkami, aby bylo možné přesně definovat objem kapaliny. Odečet objemu vzhledem k těmto značkám je pro měření také velmi důležitý, stejně jako postupy vypouštění a sušení měřidla, protože ovlivňují výsledek. Používaná kapalina je obecně čistá voda (destilovaná, bi-destilovaná nebo deionizovaná) s vodivostí nižší než 5 $\mu\text{S}/\text{cm}$ [3] a zvolená tak, aby odpovídala požadované úrovni přesnosti vzhledem k množství použité vody. Přepočet se pak provede z hmotnosti na objem při referenční teplotě t_0 (normálně 20 °C). Doporučená rovnice je popsána v normě ISO 4787 [4] a je uvedena níže:

$$V_0 = (I_L - I_E) \times \frac{1}{\rho_W - \rho_A} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) \times [1 - \gamma(t - t_0)],$$

Kde

V_0 je objem při referenční teplotě, v mL

I_L výsledek vážení kalibrované nádoby s kapalinou, v g

I_E výsledek vážení prázdné kalibrované nádoby, v g

ρ_W hustota kapaliny, v g/mL, při teplotě (při kalibraci) t , v °C, podle vztahu (2)


ρ_A hustota vzduchu, v g/mL, podle vztahu (4)

ρ_B hustota závaží použitého při kalibraci, předpokládaná 8,0 g/mL

γ koeficient teplotní roztažnosti materiálu kalibrované nádoby použité při kalibraci, ve °C⁻¹

(Poznámka: koeficient roztažnosti materiálu se normálně předpokládá jako trojnásobek koeficientu lineární roztažnosti pro daný materiál.)

t teplota při kalibraci (předpokládá se podobná teplotě použité kapaliny), v °C

 NÁRODNÍ AKREDITAČNÍ ORGÁN	Český institut pro akreditaci, o.p.s. Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3	Celkem 53 stran
		Zpracoval: Ing. Zdeňka Drdová
		Datum zpracování: 31.10.2018

t_0 referenční teplota, v °C

Poznámka: lze prokázat, že hustota vzduchu, kterou je potřebné vzít v úvahu, je (v zásadě) hustota vzduchu uvnitř měřidla objemu. Obecně se předpokládá, že hustota okolního vzduchu (hustota vzduchu obklopující přístroj) se mezi váženími a během obou vážení významně nemění. To zajišťuje, že vztahový účinek působící na měřidlo objemu je konstantní. Pokud se změní hustota okolního vzduchu, musí být pro každou váhu určena (skutečná) hmotnost přístroje jako podmínka pro přesné měření hmotnosti kapaliny v nádobě.

Hustota vody

Ve všeobecnosti se používá vztah Tanaka [6], který poskytuje dobrý základ pro výpočet hustoty:

$$\rho_W = a_5 \left[1 - \frac{(t + a_1)^2 (t + a_2)}{a_3 (t + a_4)} \right] \text{ g/mL}$$

kde:

t = teplota, v °C

a_1 = -3,983 035 °C

a_2 = 301,797 °C

a_3 = 522 528,9 (°C)²

a_4 = 69,348 81 °C

a_5 = 0,999 974 950 g/mL

Poznámka: a_5 je maximální hodnota hustoty vody (při 3,98 ° C). Mnozí uživatelé vody spoléhají na vodu z vodovodního řadu. Proto musí být koeficient a_5 odpovídajícím způsobem změněn, aby odrážel hustotu použité vody. Korekce na obsah vzduchu ve vodě může být provedena podle následujícího vzorce popsaného v [6]:



Český institut pro akreditaci, o.p.s.
Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

Celkem 53 stran

Zpracoval:
Ing. Zdeňka Drdová

Datum zpracování:
31.10.2018

$$\Delta\rho = s_0 + s_1 t \quad \text{g/mL}$$

kde:

t = teplota vody, v °C

$$s_0 = -4.612 \times 10^{-3} \quad \text{g/mL}$$

$$s_1 = -0.106 \times 10^{-3} \quad \text{g/(mL °C)}$$

Rovnice, kterou poskytla Mezinárodní asociace pro vlastnosti vody, může také být alternativně použita k určení hustoty použité vody [5]. Je určena pro teplotu nad 30 °C.

Pokud není k dispozici čistá voda, může být také určena relativní hustota vody (se zanedbatelnou nepřesností výpočtu):

$$\rho_A / (10^{-3} \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}) = \left[3.483740 + 1.4446 \times (x_{CO_2} - 0.0004) \right] \times \frac{p}{ZT} \times (1 - 0.3780 \times x_V),$$

kde

p je barometrický tlak, v Pa

T je termodynamická teplota = 273,15 + t / °C, v K

x_V je molární podíl vodní páry

x_{CO_2} je molární podíl oxidu uhličitého v laboratorním vzduchu

Z je kompresibilní faktor



Český institut pro akreditaci, o.p.s.
Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

Celkem 53 stran

Zpracoval:
Ing. Zdeňka Drdová

Datum zpracování:
31.10.2018

Zjednodušený vzorec CIPM pro hustotu vzduchu lze také použít za níže uvedených omezení [8]:

$$\rho_a = \frac{0.34848p - 0.009h_r \exp(0.061t)}{t + 273.15} \text{ kg/m}^3,$$

kde

t teplota okolí, v °C

p barometrický tlak, in hPa

h_r relativní vlhkost vzduchu, v %

Za těchto podmínek má být barometrický tlak mezi 600 hPa a 1100 hPa, okolní teplota mezi 15 ° C a 27 ° C a relativní vlhkostí mezi 20% a 80%, relativní nejistota tohoto vzorce je $2,4 \times 10^{-4}$.

Hustota vzduchu může být stanovena podle vzorce pro hustotu vlhkého vzduchu - CIPM-2007 [7]:

3.3.1. Matematický model – příklad pro hmotnostní metodu

Na základě stanovení základních zdrojů nejistot, matematický model pro výpočet objemu kapaliny/vody může být stanoven následovně:

$$V_0 = \frac{m}{\rho_W(t_W) - \rho_A(t_A, p_A, h_r)} \times \left(1 - \frac{\rho_A(t_A, p_A, h_r)}{\rho_B} \right) \times [1 - \gamma(t - t_0)] + \delta V_{op} + \delta V_{evap} + \delta V_{rep}$$


$$m = (I_L - I_E) + \delta m$$

$$t_W = t_{W0} + \delta t_W$$

$$t_A = t_{A0} + \delta t_A$$

$$t = t_W + \delta t_s$$

$$\rho_W(t_W) = \rho_{W,form}(t_W) + \delta \rho_{W,form}$$

 NÁRODNÍ AKREDITAČNÍ ORGÁN	Český institut pro akreditaci, o.p.s. Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3	Celkem 53 stran
		Zpracoval: Ing. Zdeňka Drdová
		Datum zpracování: 31.10.2018

$$\rho_A(t_A, p_A, h_r) = \rho_{A,form}(t_A, p_A, h_r) + \delta\rho_{A,form}$$

Kde


- m je hmotnost obsažená nebo dodaná pomocí objemového měřidla při aktuálních podmínkách
- δm je komponent vznikající vlivem, který není pokrytý nejistotou $u(L)$ and $u(E)$
- t_{w0} je teplota vody
- δt_w je rozdíl, který vzniká vlivem nehomogenity teplotního pole během vážení
- t_{A0} je měření teplota vzduchu
- δt_A je rozdíl, který vzniká vlivem nehomogenity teplotního pole během vážení
- δt_s je rozdíl mezi teplotou vody a kalibrované nádoby
- $\rho_{W,form}$ je použitý vztah na výpočet hustoty vody (například Tanaka)
- $\rho_{A,form}$ je použitý vztah na výpočet hustoty vzduchu (například BIPM)
- $\delta\rho_{W,form}$ je odhadovaný rozdíl od podmínek vztahu (pro hustotu vody)
- $\delta\rho_{A,form}$ je odhadovaný rozdíl od podmínek vztahu (pro hustotu vzduchu)
- δV_{op} je dodatečná hodnota vlivu operátora (čtení menisku nebo obsluha kalibrované nádoby)
- δV_{evap} je dodatečná hodnota vlivu vypařování
- δV_{rep} je dodatečná hodnota vlivu opakovatelnosti

Poznámka: Hodnoty δx se většinou uvažují nulové a jsou zahrnuty do nejistoty měření.

3.3.2. Rozbor některých zdrojů nejistot měření

Mezi významné vlivy na nejistotu měření jsou vlivy:

- vázané na použité přístroje, etalony a vybavení (váhy, teploměry, ostatní pomůcky, měřidla),
- okolního prostředí (teplota, tlak, vlhkost),
- použité metody (Charakteristika - hustota kapaliny/vody, teplota vody, hustota vzduchu, roztažnost materiálu, odpar),
- okolní prostředí a jejich změny,
- vypařování,

 NÁRODNÍ AKREDITAČNÍ ORGÁN	Český institut pro akreditaci, o.p.s. Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3	Celkem 53 stran
		Zpracoval: Ing. Zdeňka Drdová
		Datum zpracování: 31.10.2018

- operátor (odečet menisku) a
- ostatní vlivy (opakovatelnost, apod.)

3.3.3. Vážení

Vážení je nejdůležitějším krokem při použití hmotnostní metody. Výsledky vážení jsou ovlivněny několika faktory, jako je rozlišení a citlivost rovnováhy, kalibrace rovnováhy (excentricita, linearita a opakovatelnost), třída a hustota referenčních závaží používaných ke kalibraci elektronické stupnice nebo rovnováhy.

Hmotnost se přepočítává na objem pomocí hustoty kalibrační kapaliny. Pokud není k dispozici čistá voda, lze tuto hodnotu získat z rovnice, z literatury nebo z přímých měření. Teplota vody ovlivňuje stanovení hustoty vody, proto by měla být při každém měření pečlivě měřena a zaznamenána. Měly by být stanoveny metody pro odhad teploty vody bez vlivu na objem kapaliny.

Viskozita vody při určité teplotě ovlivňuje zbytkový objem v objemových nástrojích používaných k dodávání.

Podmínky okolního prostředí (teplota vzduchu, vlhkost, barometrický tlak) ovlivňují hlavně gravimetrické měření, především měření hustoty vzduchu, takže hodnoty musí být zaznamenávány v průběhu celého měření.

Vlastnosti měřidla objemu (kalibrace nádrže, objemu, pipety atd.), využívá se koeficient roztažnosti materiálu.


Teplota objemu přístroje závisí na okolní teplotě a na teplotě vody. Tato změna je důležitá pro přepočet objemu při referenční teplotě.

Zkušenosti obsluhy mají přímý vliv na přesnost výsledku kalibrace, neboť mají při kalibracích přímý vliv na několik kroků (např. čtení menisku, plnění a vyprázdnění kalibrované nádoby nebo při manipulaci s měřidlem objemu).

Nejistotu při vážení je možné vyjádřit podle následujícího vztahu:

$$u(m) = \left[u^2(I_L) + u^2(I_E) - 2r(I_L, I_E)u(I_L)u(I_E) + u^2(\delta m) \right]^{1/2}$$

Nejistota měření IE a IL se stanoví podle postupů pro určení nejistoty vážení,

 NÁRODNÍ AKREDITAČNÍ ORGÁN	Český institut pro akreditaci, o.p.s. Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3	Celkem 53 stran
		Zpracoval: Ing. Zdeňka Drdová
		Datum zpracování: 31.10.2018

případně je možné použít příručku EURAMET cg 18 [8].

Mezi dvěma odečty váhy (i když jsou získávány při různých zatíženích) existují určité korelace, protože vážení a okolní podmínky se nemění v krátkém časovém intervalu, navíc se jako referenční hodnota běžně používá jedna sada závaží. Nicméně nízká kovariance, vyjádřená nízkou hodnotou korelačního koeficientu, může být zanedbatelná ve srovnání s ostatními složkami nejistoty.

Pro stanovení nejistoty vážení by mělo být také zvaženo rozlišení stupnice.

3.3.4. Teplota vody

Nejistotu při určení teploty vody je možné vyjádřit podle následujícího vztahu:

$$u(t) = [u^2(t_w) + u^2(\delta t_s)]^{1/2}$$

a

$$u(t_w) = \left[\left(\frac{U(ther)}{k} \right)^2 + u^2(res) + u^2(\delta t) + u^2(\delta t_w) \right]^{1/2}$$

Kde:

$U(ther)$ – je vyjádřeno v kalibračním listu teploměru v °C nebo K;


Obecně platí, že pokud kalibrační list teploměru vychází z normálního rozdělení měření s vysokým počtem stupňů volnosti, koeficient rozšíření bude $k = 2$.

$u(res)$ - rozlišení použitého teploměru.

$u(\delta t)$ - odhad nejistoty způsobené možným posunem a stárnutím teploměru po jeho kalibraci.

$u(\delta t_w)$ - vyhodnocená nejistota průměrné teploty vody způsobené teplotními rozdíly (a teplotními gradienty), které lze měřit nebo odhadnout mezi dnem a horní částí přístroje při kalibraci.

Poznámka: Maximální teplotní rozdíl mezi různými úrovněmi vody uvnitř

 NÁRODNÍ AKREDITAČNÍ ORGÁN	Český institut pro akreditaci, o.p.s. Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3	Celkem 53 stran
		Zpracoval: Ing. Zdeňka Drdová
		Datum zpracování: 31.10.2018

kalibrované nádoby může být snížen na zanedbatelné hodnoty (10 až 20 mK), pokud je voda promíchána hned po vážení (je třeba dbát na to, aby byla použita stejná teplota vody). Pokud to není možné, může být teplota měřena v různých reprezentativních místech, kde se definují hodnoty t_{max} a t_{min} jako nejvyšší a nejnižší zjištěné teploty, doporučuje se potom následující vyhodnocení (směrodatná odchylka pravoúhlého rozdělení, jako horní hranice nejistoty průměrné teploty).

$$u(\delta t_w) = (t_{max} - t_{min}) / \sqrt{12}$$

$u(\delta t_s)$ - nejistota způsobená rozdílem teploty vody a měřidla objemu.

Během kalibrace by rozdíl teplot mezi vzduchem a vodou měl být v určitých mezích, doporučuje se maximálně 2 ° C.

Tento příspěvek nejistoty $u(\delta t_s)$ by měl být vyhodnocen s ohledem na to, že teplota měřidla objemu je blíže teplotě vody než teplotě vzduchu.

Jako konzervativní přístup je možné uvažovat: $u(\delta t_s) = \frac{|t_{A0} - t_w|}{2\sqrt{3}}$

3.3.5. Hustota vody

Nejistota hustoty vody by měla být hodnocena podle použitého vzorce a typu vody (nečistoty, obsah vzduchu atd.).


Formulace poskytovaná Tanaka [6] má odhadovanou standardní nejistotu $4,5 \times 10^{-7}$ g/ml. To je však nejistota formulace samotné, proto musí být přidána nejistota čistoty a vlivu nejistotě teploty vody (která závisí na koeficientu roztažnosti vody β).

$$u(\rho_w(t_w)) = \left[u^2(\rho_{w,form}) + u^2(\rho_{w,t}) + u^2(\delta\rho_w) \right]^{1/2},$$

Kde

$$u(\rho_{w,t}) = u(t_w) \times \beta \times \rho_w(t_w)$$

Expanzní koeficient je možné uvažovat podle [10].

 NÁRODNÍ AKREDITAČNÍ ORGÁN	Český institut pro akreditaci, o.p.s. Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3	Celkem 53 stran
		Zpracoval: Ing. Zdeňka Drdová
		Datum zpracování: 31.10.2018

$$\beta = (-0,1176 \times t^2 + 15,846 \times t - 62,677) \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$$

Pokud jsou informace o přípravě vody nedostatečné, nebo pokud lze předpokládat možnou kontaminaci vody, která se může vyskytnout jak na začátku (zbytková kontaminace měřidla objemu), tak na konci kalibrace (nově zavedené nečistoty) může být provedena korekce s dodatečnou nejistotou.

Hustota použité vody může být měřena nebo porovnána s hustotou čerstvě připraveného vzorku čisté vody, pomocí hustoměru s vysokým rozlišením (1 ppm). Není-li takové měření provedeno, měl by být vyhodnocen vhodný příspěvek nejistoty.

Standardní nejistota $u(\delta\rho_w)$ může být v rozmezí od:

- několika ppm pro vysoce čistou vodu známého složení nebo měřenou pomocí hustoměru s vysokým rozlišením, obvykle používaného pro kalibraci skleněných nádob,
- přibližně 10 ppm pro destilovanou nebo deionizovanou vodu za předpokladu, že vodivost je menší než 5 $\mu\text{S}/\text{cm}$, obvykle používaná při zkoušení nádrží,
- přibližně 20 ppm pro destilovanou nebo deionizovanou vodu nižší kvality ze známého zdroje, který se obvykle používá při zkoušení nádrží.

3.3.6. Roztažnost materiálu

Koeficient tepelné roztažnosti závisí na znalosti skutečného materiálu plavidla a na zdroji dat, který uživateli poskytuje vhodnou hodnotu. Měly by být použity údaje z literatury nebo od výrobce a očekává se, že budou mít (standardní) nejistotu od 5% do 10%.

3.3.7. Vypařování

Vážení by mělo být provedeno co nejdříve po nastavení menisku, aby se snížily chyby v důsledku odpařování. Pokud se voda obsažená v nádobě přemísťuje do pomocné kalibrované nádoby instalované na váhu, je třeba provést korekci způsobenou zvýšeným odpařováním (nebo dokonce ztrátou rozstříkem nebo tvorbou



Český institut pro akreditaci, o.p.s.
Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

Celkem 53 stran

Zpracoval:
Ing. Zdeňka Drdová

Datum zpracování:
31.10.2018

kapiček) z vodního paprsku a bublin vyrobených ve druhé nádobě, samozřejmě je tuto skutečnost potřeba zhodnotit ve vztahu k nejistotě měření. Mohou být použity také hodnoty popsané v EURAMET příručce 21 [10], tabulka 2.

Tabulka: Dodatečné faktory k nejistotě

Additional uncertainty factors	Nominal volume										
	2 L	5 L	10 L	20 L	50 L	100 L	200 L	400 L	500 L	1000 L	2000 L
Air bubbles in the water (mL)	0,02	0,05	0,1	0,2	0,5	1	2	4	5	10	20
Loss by the evaporation (mL)	0,03	0,014	0,25	0,51	1,3	2,6	5,2	10,4	13	26	52
Variation in the amount of liquid residue (mL)	0,24	0,45	0,55	0,68	1,7	3,4	6,8	13,6	17	34	68

Nominal volume jmenovitý objem
Air bubbles in the water vzduchové bublinky ve vodě
Loss by the evaporation ztráty odpařováním
Variation in the amount of liquid residue odchylky zbylého množství kapaliny

3.3.8. Vlivy pracovníka

Operátor

Při manipulaci s měřidly objemu existuje variabilita, která by měla být zahrnuta do výpočtu nejistoty, tento efekt je kritický hlavně při kalibraci pístových pipet a může být – doporučuje se jej kvantifikovat jako 0,1% naměřeného objemu.

Odečet menisku

Proměnlivost nastavení menisku a odečítání stupnice prováděné jediným operátorem závisí na jeho individuálních znalostech. Toto čtení přímo ovlivňuje experimentální směrodatnou odchylku, proto by měly být odhadovány a sestavovány pouze složky typu B menisku a nejistota čtení stupnice. Tyto komponenty mají zohlednit nevyhnutelné zkreslení (nebo průměrné odchylky polohování menisku, které jsou charakteristické pro daného operátora v daném měřidle objemu) s odkazem na ideální polohu definovanou [4] ("meniskus musí být nastaven tak, že



Český institut pro akreditaci, o.p.s.
Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

Celkem 53 stran

Zpracoval:
Ing. Zdeňka Drdová

Datum zpracování:
31.10.2018

rovina horního okraje oddělovací čáry je vodorovně tangenciální k nejnižšímu bodu menisku, přičemž přímka je ve stejné rovině "). Doporučuje se, aby byl odhad tohoto příspěvku k nejistotě uveden samostatně v kalibračních listech, aby uživatelé (kteří jsou odpovědní za vyhodnocení skutečných nejistot při používání vlastního měřidla) odhadli dodatečnou nejistotu v případě, že nejsou schopni se přiblížit ke správnému nastavení menisku.

K určení nejistoty menisku lze použít několik přístupů.

a) Nejistota při čtení polohy konkávního menisku vzhledem k stupnici stupnice

V tomto případě by nejistota způsobená meniskem mohla být odhadnuta jako nejistota při stanovení objemu vůči rozlišení α stupnice měřidla objemu. Obvyklá praxe je předpokládat obdélníkové rozložení (v rámci $\alpha-$ a $\alpha+$) a odhadnout standardní nejistotu jako $\alpha/(2\sqrt{3})$. Tento přístup by však mohl nadhodnotit skutečnou nejistotu čtení obsluhy. Obvykle je pozice menisku stanovena ručně, doporučuje se však použití optických pomůcek, z tohoto důvodu je velmi pravděpodobné, že se odečte čtení blíže ke správné poloze menisku tangenciálně vůči stupnici. Proto je doporučeno a realističtější považovat za horní hranici nejistoty odhad, který předpokládá například trojúhelníkové rozdělení.

Příklad: $\alpha = 0,1$ mL

$$u(\delta V_{\text{men}}) = \frac{\alpha}{2\sqrt{3}} = 0,029 \text{ mL (obdélníkové rozdělení)}$$


$$u(\delta V_{\text{men}}) = \frac{\alpha}{2\sqrt{6}} = 0,020 \text{ mL (trojúhelníkové rozdělení)}$$

b) Nejistota při čtení polohy konkávního menisku s ohledem na jednu značku

V tomto případě by nejistota v objemu v důsledku odečtení polohy menisku mohla být vyhodnocena jako výsledek dvou geometrických faktorů:

- Nejistota při umístění a určení nejnižšího bodu meniskus, u_P .

- oblast E průřezu měřidla objemu, kde je umístěn vzduchovo-vodní meniskus,

 NÁRODNÍ AKREDITAČNÍ ORGÁN	Český institut pro akreditaci, o.p.s. Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3	Celkem 53 stran
		Zpracoval: Ing. Zdeňka Drdová
		Datum zpracování: 31.10.2018

kterým může být válcové hrdlo nebo úsek jiného tvaru.

Proto je nejistota vyplývající ze čtení menisku aproximována jako:

$$u(\delta V_{men}) = u_p \times E$$

Vzhledem k tomu, že kvalita rysky je také jedním z důležitých faktorů a možným kritériem pro určení nejistoty při správném nastavení a odečítání polohy nejnižšího bodu povrchu menisku, je předpoklad, že nejistota bude maximálně polovina šířky značka stupnice ($u_p = 0,5 d$). Zkušený operátor však může snížit vlastní nejistotu na zlomek šířky značky například použitím jednoduchého zvětšovacího skla a snížit tak nejistotu na 0,05 mm.

b) Nejistota v důsledku vytváření konvexního menisku


Tento typ menisku je přítomen v případě přepadových měřidel objemu. Nejistota způsobená tvorbou menisku je způsobena opakovatelností a délkou krátkého poloměru menisku, protože plocha je konstantní a rovná průřezu přepadové trubice kalibrované nádoby.

3.3.9. Ostatní vlivy

Opakovatelnost

Kalibrace měřidel objemu se obvykle provádí opakovanými nezávislými měřeními. V této souvislosti je třeba poznamenat, že měřená veličina (objem obsažený nebo dodaný) není obecně stejná pro opakovaná měření, a to hlavně kvůli variabilitě množství vody zvlhčující vnitřní stěny prázdné kalibrované nádoby (pokud se nemá vážit v suchém stavu) a variabilitě tvaru a polohy menisku. Jinými slovy, měřená veličina není dokonale reprodukovatelná pro všechna měření a její vlastní variabilita často překračuje nejistotu každého stanovení jednoho objemu.

$$u(\delta V_{rep}) = \frac{s(V_o)}{\sqrt{n}}$$

 NÁRODNÍ AKREDITAČNÍ ORGÁN	Český institut pro akreditaci, o.p.s. Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3	Celkem 53 stran
		Zpracoval: Ing. Zdeňka Drdová
		Datum zpracování: 31.10.2018

kde je

$s(V_0)$ standardní odchylka série nezávislých měření objemu, v mL

n počet měření

Poznámka: Hodnota objemu, která bude jako výsledek n opakovaných měření, je aritmetickým průměrem n výsledků, proto jedinou složkou nejistoty typu A je standardní odchylka střední hodnoty, jak je definována výše. Doporučuje se však, aby počet měření n a jejich směrodatná odchylka $s(V_0)$ byly uváděny v kalibračních listech nebo aspoň kalibračních postupech, protože pokud uživatel provede jednorázové, neprůměrné měření, tento příspěvek nejistoty typu A nebude možné vypočítat.

3.3.10. Citlivostní koeficienty pro jednotlivé složky nejistoty

Na základě uvažovaných zdrojů nejistot se stanoví citlivostní koeficienty pro každou složku nejistoty:

Pro zjednodušení je možné stanovit část A, B and C matematického modelu:

$$A = \frac{1}{\rho_W - \rho_A};$$

$$B = 1 - \left(\frac{\rho_A}{\rho_B} \right)$$

$$C = 1 - \gamma(t - t_0),$$

kde $m = I_L - I_E$,

Matematický model potom je následující pro jednotlivé vlivy nejistot:

$$V_0 = m \times A \times B \times C + \delta V_{op} + \delta V_{evap} + \delta V_{rep}$$

Vážení

$$\left(\frac{\partial V_0}{\partial m} \right) = A \times B \times C$$



Český institut pro akreditaci, o.p.s.
Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

Celkem 53 stran

Zpracoval:
Ing. Zdeňka Drdová

Datum zpracování:
31.10.2018

Teplota

$$\left(\frac{\partial V_0}{\partial t}\right) = m \times A \times B \times (-\gamma)$$

Hustota vody

$$\left(\frac{\partial V_0}{\partial \rho_W}\right) = -m \times B \times C \times \frac{1}{(\rho_W - \rho_A)^2} = -m \times A^2 \times B \times C$$

Hustota vzduchu

$$\left(\frac{\partial V_0}{\partial \rho_A}\right) = m \times C \times A \times \left[\frac{1}{\rho_W - \rho_A} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) - \frac{1}{\rho_B} \right] = m \times A \times C \times (B \times A - 1/\rho_B)$$

Hustota závaží

$$\left(\frac{\partial V_0}{\partial \rho_B}\right) = m \times A \times C \times \frac{\rho_A}{\rho_B^2}$$

Teplotní roztažnost materiálu měřidla objemu

$$\left(\frac{\partial V_0}{\partial \gamma}\right) = m \times A \times B \times -(t - t_0)$$

Vliv operátora

$$\frac{\partial V_0}{\partial \delta V_{op}} = 1$$

Vypařování

$$\frac{\partial V_0}{\partial \delta V_{evap}} = 1$$

Opakovatelnost



Český institut pro akreditaci, o.p.s.
Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

Celkem 53 stran

Zpracoval:
Ing. Zdeňka Drdová

Datum zpracování:
31.10.2018

$$\frac{\partial V_0}{\partial \delta V_{rep}} = 1$$

3.3.11. Výpočet rozšířené nejistoty

Kombinovaná standardní nejistota se vypočítá:

$$u^2(V_0) = \sum_i \left(\frac{\partial V_0}{\partial x_i} \times u(x_i) \right)^2$$

Doplněním vztahů pro nejistoty a citlivostních koeficientů dostaneme rovnici:

$$u(V_0) = \left[\left(\frac{\partial V_0}{\partial m} \right)^2 u^2(m) + \left(\frac{\partial V_0}{\partial t} \right)^2 u^2(t) + \left(\frac{\partial V_0}{\partial \rho_w} \right)^2 u^2(\rho_w) + \left(\frac{\partial V_0}{\partial \rho_A} \right)^2 u^2(\rho_A) + \left(\frac{\partial V_0}{\partial \rho_B} \right)^2 u^2(\rho_B) + \left(\frac{\partial V_0}{\partial \gamma} \right)^2 u^2(\gamma) + u^2(\delta V_{op}) + u^2(\delta V_{evap}) + u^2(\delta V_{rep}) \right]^{\frac{1}{2}}$$

Výpočet koeficientu rozšíření

Počet stupňů volnosti, podle kterého je možné stanovit koeficient pokrytí k je možné vypočítat:

$$v_{eff} = \frac{u_V^4}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4}{v_i}}$$

Kde

u_V – kombinovaná nejistota měřeného objemu

u_i – standardní nejistota každé složky


v_i – stupeň volnosti

Výpočet rozšířené nejistoty

$$U = k \times u(V_0)$$

3.4. Objemová metoda

Jak již bylo zmíněno, měřidla objemu lze kalibrovat vyplněním nebo vyprázdněním

 NÁRODNÍ AKREDITAČNÍ ORGÁN	Český institut pro akreditaci, o.p.s. Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3	Celkem 53 stran
		Zpracoval: Ing. Zdeňka Drdová
		Datum zpracování: 31.10.2018

pomocí referenčního měření objemu, tj. porovnáním dvou objemů. Jedná se o sekundární metodu kalibrace. Většinou jsou kalibrována měřidla objemu:

- Pro paliva, zkapalněný plyn a Ad Blue,
- měřicí systémy (dynamické nebo statické) na silničních cisternách (dodávky nebo shromážděné), na zařízeních pro nakládání nákladních automobilů, pro nakládku a vykládku cisternových kontejnerů,
- měřicí systémy pro mléko a pivo,
- pro mokré kalibrace skladovacích nádrží,
- měřicí systémy pro tankování letadel, na lodích,
- měřicí systémy na potrubí,
- velké zkušební tanky.


Objemová metoda je metoda, kdy je určité množství tekutiny dodáváno do kalibrované nádoby, nádrže apod. a objem je stanovený referenční hodnotou, která je určena značkou. Pokud je měřidlo vybaveno nastavitelným zařízením nebo stupnicí, lze jmenovitý objem nastavit. Při kalibraci se používá metoda plnění, kdy jde o naplnění kalibrované nádoby, který je kalibrován vodou menší nebo rovnoměrně velká referenční norma, která byla kalibrována na úroveň přesnosti, která je výrazně vyšší než kalibrace.

Objem se stanoví při referenční teplotě t (obvykle 20 ° C) podle následujícího vztahu:

$$V_t = V_0 [1 - \gamma_{RS}(t_{0RS} - t_{RS}) + \beta(t_{SCM} - t_{RS}) + \gamma_{SCM}(t - t_{SCM})],$$

kde je

- V_t objem kalibrované nádoby při t °C
- V_0 objem referenčního etalonu při referenční teplotě t_{0RS}
- t_{0RS} referenční teplota referenčního etalonu (RS)
- t referenční teplota kalibrované nádoby SCM
- t_{RS} teplota kapaliny v referenčním etalonu (RS)
- t_{SCM} teplota kapaliny v kalibrované nádobě (SCM)

 NÁRODNÍ AKREDITAČNÍ ORGÁN	Český institut pro akreditaci, o.p.s. Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3	Celkem 53 stran
		Zpracoval: Ing. Zdeňka Drdová
		Datum zpracování: 31.10.2018

- γ_{RS} koeficient roztažnosti materiálu referenčního etalonu (RS)
 β koeficient roztažnosti kapaliny (vody) při průměrné teplotě 0,5 ($t_{RS} + t_{SCM}$)
 γ_{SCM} koeficient roztažnosti materiálu kalibrované nádoby (SCM)

Pro vícenásobné plnění platí $V_0 = n \times V_{0i}$, kde V_0 je referenční objem a t_{RS} je průměrná teplota n měření.

3.4.1. Matematický model - příklad pro objemovou metodu

Objem je stanovený jako objem, kde jsou započítány vlivy koeficientu roztažnosti materiálu, kapaliny/vody a teploty a další částečné objemy způsobené čtením menisku, opakovatelností a dodatečnými faktory (vzduchové bubliny, vypařování, apod.)

$$V_t = V_0 [1 - \gamma_{RS}(t_{0RS} - t_{RS}) + \beta(t_{SCM} - t_{RS}) + \gamma_{SCM}(t - t_{SCM})] + \delta V_{men} + \delta V_{rep} + \delta V_{add},$$


kde je

- V_0 Hodnota referenčního etalonu,
 t_{RS} Teplota kapaliny/vody referenčního etalonu,
 t_{SCM} Teplota kapaliny/vody kalibrované kalibrované nádoby,
 γ_{RS} Koeficient termální roztažnosti materiálu referenčního etalonu,
 γ_{SCM} Koeficient termální roztažnosti kalibrované nádoby,
 β Koeficient termální roztažnosti kapaliny /vody,
 δV_{men} Čtení menisku,
 δV_{rep} Opakovatelnost měření,
 δV_{add} Dodatečné vlivy,

3.4.2. Rozbor některých zdrojů nejistot měření

Mezi významné vlivy na nejistotu měření jsou vlivy:

- vázané na použité přístroje, etalony a vybavení (referenční etalon, teploměry, ostatní pomůcky, měřidla)
- okolního prostředí (teplota, tlak, vlhkost)
- teplota kapaliny/vody v referenčním etalonu
- teplota kapaliny/vody v kalibrované nádobě

 NÁRODNÍ AKREDITAČNÍ ORGÁN	Český institut pro akreditaci, o.p.s. Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3	Celkem 53 stran
		Zpracoval: Ing. Zdeňka Drdová
		Datum zpracování: 31.10.2018

- koeficienty roztažnosti materiálu použitých etalonů a nádob a kapaliny/vody
- operátor (odečet menisku)
- ostatní vlivy (opakovatelnost, vliv přítomnosti vzduchu ve vodě, apod.)

3.4.3. Referenční etalon

Nejistota referenčního etalonu je jednou z nejdůležitějších složek při určování nejistoty objemu kalibrace kalibrované nádoby. Referenční etalon se kalibruje většinou hmotnostní metodou za podmínek popsanych v předcházející kapitole. Kalibrace objemovou metodou je také možná, podmínkou je vhodná nejistota měření.

$$u(V_0) = \sqrt{n^2 \times u_{cal}(V_0)^2 + u_{drift}^2(V_0)}$$

Kde je

- n počet použití referenčního etalonu
 $U_{cal}(V_0, i)$ nejistota objemu referenčního etalonu i použitého n krát, v L
 $U_{drift}(V_0)$ posun referenčního etalonu mezi kalibracemi, v L

$$u_{drift}(V_0) = \frac{\delta_{drift}(V_0)}{\sqrt{12}}$$

3.4.4. Teplota kapaliny/vody referenčního etalonu

Teplota kapaliny/vody musí být měřena předtím než se naleje do referenčního etalonu v referenčním etalonu a nebo těsně po přečtení objemu. V případě, že se používá vícenásobné plnění, zapisuje se hodnota každé dávky a potom se určí průměrná teplota. Použitý teploměr by měl mít rozlišovací schopnost nejméně 0,1 °C.

$$u(t_{RS}) = \sqrt{u_{cal}^2(t_{RS}) + u_{rep}^2(t_{RS}) + u_{drift}^2(t_{RS}) + u_{\Delta t}^2(t_{RS})},$$

Kde je

- $U_{cal}(t_{RS})$ nejistota teploměru v referenčním etalonu, v °C
 $U_{rep}(t_{RS})$ odchylka od střední hodnoty v sérii nezávislých měření, v °C
 $U_{drift}(t_{RS})$ nejistota vlivu posunu z důvodu životnosti etalonu a měření teploty, v °C
 $U_{\Delta t}(t_{RS})$ nejistota měření teploty způsobená rozdílem teploty mezi spodní a horní částí referenčního etalonu, v °C



Český institut pro akreditaci, o.p.s.
Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

Celkem 53 stran

Zpracoval:
Ing. Zdeňka Drdová

Datum zpracování:
31.10.2018

3.4.5. Teplota kapaliny/vody kalibrované nádoby

Teplota vody při kalibraci kalibrované nádoby být vždy měřena před provedením čtení nebo před dolitím. Bohužel může dojít k teplotnímu spádu z důvodu délky měření, je možné vodu promíchávat nebo se měří teplota v různých reprezentativních místech a určí se průměrná hodnota. Použitý teploměr by měl mít rozlišení nejméně 0,1 °C. Rozdíl 0,02 °C je možné považovat ještě za zanedbatelný.

$$u(t_{SCM}) = \sqrt{u_{cal}^2(t_{SCM}) + u_{drift}^2(t_{SCM}) + u_{\Delta t}^2(t_{SCM})}$$

kde je

$U_{cal}(t_{SCM})$ nejistota teploměru v referenčním etalonu, v °C

$U_{drift}(t_{SCM})$ nejistota vlivu posunu z důvodu životnosti kalibrované nádoby a měření teploty, v °C

$U_{\Delta t}(t_{SCM})$ nejistota měření teploty způsobená rozdílem teploty mezi spodní a horní částí v kalibrované nádobě, v °C

3.4.6. Koeficient roztažnosti materiálu


Koeficient tepelné roztažnosti referenčního etalonu a kalibrované nádoby je daný tabulkou (pro sklo $\gamma=51,8 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$), s rozšířenou nejistotou 5 %; předpokládá se obdélníkové rozdělení pravděpodobnosti. Relevantní standardní nejistotu vypočítáme

takto:

$$u(\gamma_{RS}) = \frac{u(\gamma_{RS})}{\sqrt{3}}$$

$$u(\gamma_{SCM}) = \frac{u(\gamma_{SCM})}{\sqrt{3}}$$

Koeficienty tepelné roztažnosti materiálu jsou závislé na znalosti skutečného materiálu referenčního etalonu a kalibrované nádoby a na zdroji dat, který poskytuje vhodnou hodnotu. Měly by být použity údaje z literatury nebo od výrobce a očekává se, že budou mít (standardní) nejistotu mezi 5 % a 10 %. Pokud jsou známé horní a dolní limity tabulkových hodnot, může být standardní nejistota stanovena při použití pravoúhlého rozdělení pravděpodobnosti v těchto mezích.

	<p>Český institut pro akreditaci, o.p.s. Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3</p>	Celkem 53 stran
		Zpracoval: Ing. Zdeňka Drdová
		Datum zpracování: 31.10.2018

3.4.7. Koeficient roztažnosti kapaliny/vody

Měl by být stanoven koeficient roztažnosti kapaliny/vody. Koeficienty tepelné roztažnosti vody závisí na zdroji dat, který poskytuje odpovídající hodnotu. Měly by být použity údaje z literatury, které by měly mít (standardní) nejistotu mezi 5 % a 10 %.

Pokud jsou známy horní a dolní hranice hodnoty této tabulky, lze stanovit standardní nejistotu při použití pravoúhlého rozdělení pravděpodobnosti v těchto mezích. Pro vzorec "Tanaka" lze použít standardní nejistotu $2 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$.

$$u(\beta) = \frac{u(\beta)}{\sqrt{3}}$$

$$t = \frac{t_{RS} + t_{SCM}}{2}$$

3.4.8. Operátor

Operátor může přímo ovlivnit měření v čtení menisku, při plnění a vyprázdnění nebo při manipulaci s tímto zařízením. Při čtení menisku je možné použít stejné metody, jaká je popsána v kapitole 5.3.8 této zprávy. Zatím není zavedena hodnota nejistoty, která by se měla standardně připočítat jako vliv operátora.

Je potřebné zahrnout nejistotu odečtu způsobenou dílkem stupnice.

$$u(\delta V_{resSCM}) = \frac{\delta V_{resSCM}}{\sqrt{3}}$$

3.4.9. Ostatní vlivy

Existují další faktory, které mohou přispět ke kvalitě výsledků, jako jsou vzduchové bubliny, vypařování, apod. Doporučuje se použít hodnotu nejistoty 0,01 % pro tyto dodatečné vlivy. Je možné použít tabulku z kapitoly 5.3.7, která vznikla na základě praktických zkušeností.

3.4.10. Opakovatelnost

$$u(\delta V_{repSCM}) = \frac{s(V_t)}{\sqrt{n}}$$



Český institut pro akreditaci, o.p.s.
Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

Celkem 53 stran

Zpracoval:
Ing. Zdeňka Drdová

Datum zpracování:
31.10.2018

kde je

$s(V_t)$ směrodatná odchylka série nezávislých měření objemu v L

n počet opakování kalibrace

Hodnota objemu, která bude dána jako výsledek n opakovaných měření, je aritmetická střední hodnota n , proto je složka nejistoty typu A standardní odchylkou průměru.

3.4.11. Citlivostní koeficienty pro jednotlivé složky nejistoty

Na základě uvažovaných zdrojů nejistot se stanoví citlivostní koeficienty pro každou složku nejistoty:

Referenční etalon

$$\frac{\partial V_t}{\partial V_0} = [1 - \gamma_{RS}(t_{ORS} - t_{RS}) + \beta(t_{SCM} - t_{RS}) + \gamma_{SCM}(t - t_{SCM})]$$

Teplota vody v referenčním etalonu

$$\frac{\partial V_t}{\partial t_{RS}} = [V_0(\gamma_{RS} - \beta)]$$

Teplota vody v kalibrované nádobě

$$\left(\frac{\partial V_t}{\partial t_{SCM}} \right) = [V_0(\beta - \gamma_{SCM})]$$

Koeficient termální roztažnosti materiálu referenčního etalonu

$$\frac{\partial V_t}{\partial \gamma_{RS}} = [-V_0(t_{ORS} - t_{RS})]$$

Koeficient termální roztažnosti materiálu kalibrované nádoby

$$\frac{\partial V_t}{\partial \gamma_{SCM}} = [V_0(t_{OSCM} - t_{SCM})]$$



Český institut pro akreditaci, o.p.s.
Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

Celkem 53 stran

Zpracoval:
Ing. Zdeňka Drdová

Datum zpracování:
31.10.2018

Koeficient termální roztažnosti kapaliny/vody

$$\frac{\partial V_t}{\partial \beta} = [V_0(t_{SCM} - t_{RS})]$$

Čtení menisku

$$\frac{\partial V_t}{\partial \delta V_{men}} = 1$$

Opakovatelnost měření

$$\frac{\partial V_t}{\partial \delta V_{rep}} = 1$$

Dodatečné vlivy

$$\frac{\partial V_t}{\partial \delta V_{add}} = 1$$

3.4.12. Výpočet rozšířené nejistoty

Kombinovaná standardní nejistota se vypočítá:


$$u^2(V_t) = \sum_i \left(\frac{\partial V_t}{\partial x_i} \times u(x_i) \right)^2$$

Doplněním vztahů pro nejistoty a citlivostních koeficientů dostaneme rovnici:

$$u(V_t) = \left[\left(\frac{\partial V_t}{\partial V_0} \right)^2 \times (u(V_0))^2 + \left(\frac{\partial V_t}{\partial t_{RS}} \right)^2 \times (u(t_{RS}))^2 + \left(\frac{\partial V_t}{\partial t_{SCM}} \right)^2 \times (u(t_{SCM}))^2 + \left(\frac{\partial V_t}{\partial \gamma_{RS}} \right)^2 \times (u(\gamma_{RS}))^2 + \left(\frac{\partial V_t}{\partial \gamma_{SCM}} \right)^2 \times (u(\gamma_{SCM}))^2 + \left(\frac{\partial V_t}{\partial \beta} \right)^2 \times (u(\beta))^2 + (u(\delta V_{men}))^2 + (u(\delta V_{rep}))^2 + (u(\delta V_{add}))^2 \right]^{\frac{1}{2}}$$

Výpočet koeficientu rozšíření

Počet stupňů volnosti, podle kterého je možné stanovit koeficient pokrytí, k je možné vypočítat:

 NÁRODNÍ AKREDITAČNÍ ORGÁN	Český institut pro akreditaci, o.p.s. Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3	Celkem 53 stran
		Zpracoval: Ing. Zdeňka Drdová
		Datum zpracování: 31.10.2018

$$v_{eff} = \frac{u_V^4}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4}{v_i}}$$

kde je

u_V kombinovaná nejistota měřeného objemu

u_i standardní nejistota každé složky

v_i stupeň volnosti

Výpočet rozšířené nejistoty

$$U = k \times u(V_0)$$


3.5. Kategorizace vlivů vzhledem ke kalibrovanému zařízení

Mezi významné vlivy na nejistotu měření při hmotnostní metodě patří vlivy:

- vázané na použité přístroje, etalony a vybavení (váhy, teploměry, ostatní pomůcky, měřidla)
- okolního prostředí (teplota, tlak, vlhkost)
- použité metody (hustota kapaliny/vody, teplota vody, hustota vzduchu, roztažnost materiálu, vypařování)
- operátor (odečet menisku)
- ostatní vlivy (opakovatelnost, apod.)

Mezi významné vlivy na nejistotu měření při objemové metodě patří vlivy:

- vázané na použité přístroje, etalony a vybavení (referenční etalon, teploměry, ostatní pomůcky, měřidla)
- okolního prostředí (teplota, tlak, vlhkost)
- teplota kapaliny/vody v referenčním etalonu
- teplota kapaliny/vody v kalibrované nádobě
- koeficienty roztažnosti materiálu použitých etalonů a nádob a kapaliny/vody
- operátor (odečet menisku)

 NÁRODNÍ AKREDITAČNÍ ORGÁN	Český institut pro akreditaci, o.p.s. Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3	Celkem 53 stran
		Zpracoval: Ing. Zdeňka Drdová
		Datum zpracování: 31.10.2018

- ostatní vlivy (opakovatelnost, vliv přítomnosti vzduchu ve vodě, apod.)

3.6. Kategorizace vlivů z hlediska významnosti

3.6.1. Významnost vzhledem k zařízením

Použití zařízení, prostředí, kvalita měřidel objemu, personál to všechno má vliv na výsledek měření a bilanci nejistot měření. V různých případech různé dílčí složky mohou ovlivňovat výslednou nejistotu měření. Tento úkol byl zaměřen na hmotnostní a objemovou metodu měření, vzhledem k předchozímu výčtu akreditovaných kalibračních laboratoří jsou uvedeny příklady pro kalibraci mikropipet a pro kalibraci odměrné nádoby.

Pokud tedy mluvíme o kalibraci mikropipet hmotnostní metodou, v některých laboratořích je možné některé vlivy zanedbat. Například vypařování, pokud je prokázáno, že jsou použity vhodné pomůcky a kalibrace se provádí v prostředí, kde je tento vliv zanedbatelný. Dále je možné zanedbat některé dílčí složky, jako je hustota vody nebo vzduchu, pokud je tato složka prokazatelně nižšího řádu, než jsou ostatní vlivy.

Vliv operátora (odečet menisku) a opakovatelnost by, ze zkušeností, zanedbány být neměly. Špatný odečet menisku může mít velký vliv nejen na nejistotu měření, ale i na výsledek kalibrace. Dále většinou není možné zanedbat vliv vážení, hustotu vody, roztažnost materiálu a vody. Výsledky tak budou více reálné.

Při objemové metodě většinou mezi menší vlivy na celkový výpočet nejistoty měření patří vliv teploty (pokud se použije stabilní prostředí), roztažnost materiálu referenčního etalonu, kalibrované nádoby a vody. Ostatní uvedené vlivy by měly být vyhodnoceny vždy.

3.6.2. Významnost vzhledem k nastavené (požadované) úrovni CMC

Každá laboratoř má seznam jednotlivých zdrojů pro výpočet rozšířené nejistoty měření, který zahrnuje minimálně zdroje uvedené v kapitole 5.5. Na základě interní analýzy stanoví jednotlivé hodnoty dílčích nejistot, pokud některé složky uzná za zanedbatelné, je to možné, ale je to nutné podložit důkazy. Do celkové rozšířené



Český institut pro akreditaci, o.p.s.
Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

Celkem 53 stran

Zpracoval:
Ing. Zdeňka Drdová

Datum zpracování:
31.10.2018

nejistoty je potřebné zahrnout i složku vlivu operátora a opakovatelnosti měření.

Jak je zřejmé z úvodu, většina laboratoří kalibruje pipety (postup dle ČSN EN ISO 8655-6), a tedy uvedeme příklad z mikropipet. Právě v této oblasti je vliv operátora a opakovatelnost značnou složkou nejistoty měření, mnohdy převyšující součet ostatních nejistot. Je to způsobené i kvalitou měřených pipet, která je velmi rozdílná.


Tedy pokud laboratoř zahrne složku opakovatelnosti do celkové nejistoty měření a ke kalibraci používá pipety „nižší kvality“ může to zhoršit hodnoty celkové nejistoty. Pro uvádění nejnižších hodnot nejistoty by tedy bylo vhodné použít výsledky z analýzy při kalibraci kvalitnějších pipet, i když laboratoř tyto pipety kalibruje v malé míře. Otázkou je, co v případě laboratoře začínající, kdy laboratoř nemá zkušenosti a kalibruje pipety méně kvalitní. Pravděpodobné zvyšování úrovně formou snižování nejistoty měření bude řešeno postupným vývojem laboratoře. Nevylučuje se, že kalibraci „cvičně“ provede na nejistotě vyšší kvality a tyto výsledky potom použije pro uvedení v tabulce CMC v rozsahu akreditace. Samozřejmě minimálně tuto hodnotu je laboratoř povinna uvést i při mezilaboratorních porovnáních, kdy je možné touto formou prověřit způsobilost laboratoře, více v další kapitole 5.7.

3.7. Zohlednění výsledků řešení úkolů

Cílem úkolu bylo ukázat jednotlivým laboratořím teoretický i praktický příklad, s jakými dílčími složkami nejistoty je možné pracovat. Jsou uvedeny popisy na základě mezinárodních dokumentů a zkušeností pracovníků ČMI v mezinárodních komisích, účastí v mezinárodních porovnáních a na mezinárodních seminářích.

Co se týče jednotlivých dílčích složek, odbornému posuzovateli může k orientaci sloužit tabulka uvedená v kapitole 5.8. Využití nebo zanedbání jednotlivých dílčích nejistot a jejich hodnot se musí řešit konkrétně v každé laboratoři s příslušnými pracovníky.

Bohužel ve většině současných laboratoří nejsou všechny významné dílčí nejistoty do celkové analýzy zahrnuty. Dozvíme se většinou něco o nejistotě měření používaného zařízení, nicméně akreditační orgán není bez dalšího schopen podrobněji ověřit odbornou způsobilost laboratoře, která by se měla opírat o výsledky z mezilaboratorních porovnání. Tam laboratoř obvykle započítá všechny složky

 NÁRODNÍ AKREDITAČNÍ ORGÁN	Český institut pro akreditaci, o.p.s. Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3	Celkem 53 stran
		Zpracoval: Ing. Zdeňka Drdová
		Datum zpracování: 31.10.2018

nejistoty, a tedy nejnižší nejistota uvedená v rozsahu akreditace je většinou významně nižší než ta, se kterou laboratoř vstoupila do mezilaboratorního porovnání.

Odborný posuzovatel by tedy po předložení výsledků mezilaboratorního porovnání měl v každém případě zhodnotit konkrétní hodnoty výsledků měření ve vztahu k referenční hodnotě a použité dílčí nejistoty měření. Není možné brát v úvahu jen výsledek porovnání ve formě – vyhověl/nehověl, protože organizátor porovnání nemá k dispozici podrobný rozbor nejistot (ani není možné z více důvodů, aby tyto skutečnosti zjišťoval) a závěry provede výhradně na základě podkladů zaslaných z laboratoře.

Bohužel musíme upozornit na riziko, kdy v okamžiku zavedení navrhovaného postupu mohou být rozšířené nejistoty neakreditovaných laboratoří podstatně nižší než nejistoty laboratoří akreditovaných. V některých případech, hlavně pokud se jedná o špatnou informovanost v této oblasti, by tyto skutečnosti mohly vést k omylům nebo zneužití situace. Z tohoto důvodu navrhuje, aby skutečnost, že nejistotě zahrnuje vliv použitého zařízení, opakovatelnost a vliv operátora, byla uvedena v poznámce v rozsahu akreditace.

3.8. Nepodkročitelné hodnoty

Z tabulky uvedené níže vyplývá rozsah nejistot, které byly postupně zjišťovány na základě praktických měření. Diskutovanou otázkou bylo zavedení vlivu opakovatelnosti měření a vlivu operátora do výpočtu nejistot laboratoře. Hodnoty v tabulce vznikly na základě měření zkušenými pracovníky a kvalitních referenčních etalonů a měřidel objemu. Jsou v nich zahrnuty všechny vlivy popsané v předcházejících kapitolách. Tabulka má sloužit jako podpůrná informace, kde se hodnoty nejistot při jednotlivých kalibracích mohou pohybovat, především pro odborné posuzovatele při posuzování.

Samozřejmě předpokládáme, že laboratoř vypočítá své vlastní hodnoty, které předloží odbornému posuzovateli. Pokud se budou výrazně lišit od uvedených hodnot směrem k menším, je potřeba prověřit, zda nedošlo k neodůvodněnému zanedbání významné složky nejistoty měření.



Český institut pro akreditaci, o.p.s.
Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

Celkem 53 stran

Zpracoval:
Ing. Zdeňka Drdová

Datum zpracování:
31.10.2018

Měřidlo/metoda	Na základě detailní analýzy a výpočtu a potvrzené porovnáním	Hodnota nejistoty minimální	Na základě interních podkladů nebo publikací *)
Sklo/gravimetricky	< 0,01 %	0,01 % up to 0,05 %	> 0,05 %
Pyknometry a přepadová měřidla objemu	< 0,005 %	0,005 % up to 0,01 %	> 0,01 %
Pipety/hmotnostně	< 0,1 %	0,1 % up to 0,5 %	> 0,5 %
Objemové kalibrované nádoby/hmotnostně	< 0,01 %	0,01 % up to 0,05 %	> 0,05 %
Objemové kalibrované nádoby/objemově	< 0,02 %	0,02 % up to 0,07 %	> 0,07 %

*) Hodnoty nejistot uvedené v tomto sloupci mají sloužit jako orientační měřítko pro laboratoře, které disponují zařízením a pracovníky odpovídající kvality, ale celkovou rozšířenou nejistotu stanovují náhradním způsobem (odhadem).



Český institut pro akreditaci, o.p.s.
Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

Celkem 53 stran

Zpracoval:
Ing. Zdeňka Drdová

Datum zpracování:
31.10.2018

4. Přístup ke stanovení nejistoty měření (příklad)

4.1.1. Kalibrace mikropipety hmotnostní metodou



Kalibrace tohoto typu měřidla se provádí obvykle ve třech bodech, ve jmenovitém objemu, 50% jmenovitého objemu a 10% jmenovitého (nebo nižšího objemu).

Je potřebné použít následující etalony, měřidla a pomůcky při kalibraci:

Teploměr – je použit k měření teploty vody a teploty vzduchu, musí mít příslušný teplotní rozsah, doporučuje se rozlišovací schopnost rovnou nebo menší než 0,1 °C a musí být řádně kalibrovány.

Barometr - používá se k měření atmosférického tlaku, doporučuje se rozlišení ≤ 1 mbar.

Hydrometr - používá se k měření vlhkosti, doporučuje se rozlišení $\leq 1\%$.

Kalibrační kapalina - voda použitá pro kalibraci musí mít dostatečnou čistotu (její elektrická vodivost musí být menší než 5,0 $\mu\text{S}/\text{cm}$) a musí být alespoň destilovaná.

Stabilizace teploty - je nezbytné, aby mikropipety a voda, která se používá při kalibraci, byly umístěny v místnosti 24 hodin před kalibrací (co nejbližší 20 °C).

Všechna měřidla by měla být použita tak, aby se předešlo jejich zahřátí.



Český institut pro akreditaci, o.p.s.
Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

Celkem 53 stran

Zpracoval:
Ing. Zdeňka Drdová

Datum zpracování:
31.10.2018

Podmínky okolí při kalibraci:

- Vlhkost mezi 50 %RH a 80 %RH
- Teplota vzduchu mezi 17 °C a 23 °C
- Tlak mezi 940 hPa a 1080 hPa
- Teplota vody by se během zkoušek neměla měnit o více než 0,5 °C

Další podmínky pro váhy:

- přiměřený rozsah a rozlišení
- dostatečné fyzické rozměry, aby bylo možné vážit kompletní měřidlo,
- platná kalibrace

Uvažujeme následující vlivy nejistoty:

- Vážení
- Hustota vzduchu, vody a závaží
- Teplota vody
- Koeficient roztažnosti materiálu
- Vypařování
- Opakovatelnost
- Vliv operátora

Výpočty jsou provedeny podle kapitoly 4 této zprávy.

Hodnoty byly použity podle následující tabulky pro 1 sérii měření pro kalibraci 100 μ L fixní mikropipety (jsou uvedeny průměrné hodnoty):

Veličina x_i	Hodnota veličiny
Hmotnost	99,715 μ g
Teplota vody	19,04 °C
Hustota vody	0,998 4 mg/ μ L
Hustota vzduchu	0,001 2 mg/ μ L
Hustota referenčních závaží	7,96 mg/ μ L
Koeficient teplotní roztažnosti materiálu mikropipety	$2,4 \times 10^{-4}$ °C ⁻¹
Vypařování	0,002 μ L
Opakovatelnost měření	0,10 μ L



Český institut pro akreditaci, o.p.s.
Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

Celkem 53 stran

Zpracoval:
Ing. Zdeňka Drdová

Datum zpracování:
31.10.2018

a) Nejistota vážení

$$u(m) = [u^2(I_L) + u^2(I_E)]^{1/2} = 0,0043$$

b) Nejistota měření teploty

$$u(t) = \left[\left(\frac{u(\text{ther})}{k} \right)^2 + \left(\frac{0,01/2}{\sqrt{3}} \right)^2 \right]^{1/2} = \left[\left(\frac{0,001}{2} \right)^2 + \left(\frac{0,01/2}{\sqrt{3}} \right)^2 \right]^{1/2} = 0,0005 \text{ } ^\circ\text{C}$$

c) Nejistota hustoty vody

$$u(\rho_W(t_W)) = [u^2(\rho_{W,\text{form}}) + u^2(\rho_{W,t}) + u^2(\delta\rho_W)]^{1/2} =$$

$$u(\rho_W) = \left[\left(\frac{9 \times 10^{-7}}{2} \right)^2 + (1,13 \times 10^{-7})^2 + (5 \times 10^{-6})^2 \right]^{1/2} = 5,0 \times 10^{-6} \text{ mg}/\mu\text{L}$$

Hustota vzduchu

Pro vzorec hustoty vzduchu CIPM (4) je relativní standardní nejistota 22×10^{-6}

$$u(\rho_A) = 2,2 \times 10^{-3} \times \rho_A = (2,2 \times 10^{-3} \times 0,0012) / \sqrt{3} = 1,52 \times 10^{-6} \text{ mg}/\mu\text{L}$$

Hustota závaží

Z kalibračního listu je nejistota 0,06 mg/ μ L

$$u(\rho_B) = \frac{0,06}{2} = 0,03 \text{ g}/\text{mL}$$

d) Nejistota vlivu materiálu

$$u(\gamma) = \frac{1,2 \times 10^{-5}}{\sqrt{3}} = 6,93 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}$$

e) Nejistota vlivu vypařování

$$u(\delta V_{\text{evap}}) = \frac{\Delta er}{\sqrt{3}} = \frac{0,004}{\sqrt{3}} = 0,002 \text{ } \mu\text{L}$$



Český institut pro akreditaci, o.p.s.
Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

Celkem 53 stran

Zpracoval:
Ing. Zdeňka Drdová

Datum zpracování:
31.10.2018

f) Nejistota vlivu opakovatelnosti

$$u(\delta V_{rep}) = \frac{s(V_o)}{\sqrt{n}} = \frac{0,010}{\sqrt{10}} = 0,03 \mu\text{L}$$

g) Výpočet citlivostních koeficientů

Vážení

$$\left(\frac{\partial V_0}{\partial m}\right) = A \times B \times C = 1 \mu\text{L/mg}$$

Teplota

$$\left(\frac{\partial V_0}{\partial t}\right) = m \times A \times B \times (-\gamma) = -2,40 \times 10^{-2} \mu\text{L}/^\circ\text{C}$$

Hustota vody

$$\left(\frac{\partial V_0}{\partial \rho_w}\right) = -m \times B \times C \times \frac{1}{(\rho_w - \rho_A)^2} = -m \times A^2 \times B \times C = -100 \mu\text{L}^2/\text{mg}$$

Hustota vzduchu

$$\left(\frac{\partial V_0}{\partial \rho_A}\right) = m \times C \times A \times \left[\frac{1}{\rho_w - \rho_A} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) - \frac{1}{\rho_B} \right] = m \times A \times C \times (B \times A - 1/\rho_B) = 87,7 \mu\text{L}^2/\text{mg}$$

Hustota závaží

$$\left(\frac{\partial V_0}{\partial \rho_B}\right) = m \times A \times C \times \frac{\rho_A}{\rho_B^2} = 1,90 \times 10^{-3} \mu\text{L}^2/\text{mg}$$

Teplotní roztažnost materiálu měřidla objemu

$$\left(\frac{\partial V_0}{\partial \gamma}\right) = m \times A \times B \times (-(t - t_0)) = 96,30^\circ\text{C}/\mu\text{L}$$



Český institut pro akreditaci, o.p.s.
Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

Celkem 53 stran

Zpracoval:
Ing. Zdeňka Drdová

Datum zpracování:
31.10.2018

Vliv operátora

$$\frac{\partial V_0}{\partial \delta V_{op}} = 1 \mu\text{L}$$

Vypařování

$$\frac{\partial V_0}{\partial \delta V_{evap}} = 1 \mu\text{L}$$

Opakovatelnost

$$\frac{\partial V_0}{\partial \delta V_{rep}} = 1 \mu\text{L}$$

V dalším kroku vypočítáme citlivostní koeficienty, hodnoty dílčích nejistot a rozšířenou nejistotu měření, tak jak je uvedeno v následující bilanční tabulce:

Dílčí nejistota $u_{(xi)}$	Zdroj nejistoty	Hodnota dílčí nejistoty	Hodnota dílčí nejistoty v %
$u_{(m)}$	Váha	0,00433 mg	0,004
$u_{(t)}$	Teplota vody	0,0005 °C	0
$u_{(\rho_w)}$	Hustota vody	5×10^{-5} mg/ μL	0
$u_{(\rho_A)}$	Hustota vzduchu	$1,52 \times 10^{-6}$ mg/ μL	0
$u_{(\rho_B)}$	Hustota referenčního závaží	0,034 mg/ μL	0
$u_{(\gamma)}$	Koeficient roztažnosti materiálu mikropipety	$6,93 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$	0,001
$u_{(\sigma V_{evap})}$	Vypařování	0,002 μL	0,002
$u_{(\sigma V_{rep})}$	Opakovatelnost měření	0,032 μL	0,033

h) Kombinovaná nejistota

$$u(V_0) = \left[\left(\frac{\partial V_0}{\partial m} \right)^2 u^2(m) + \left(\frac{\partial V_0}{\partial t} \right)^2 u^2(t) + \left(\frac{\partial V_0}{\partial \rho_w} \right)^2 u^2(\rho_w) + \left(\frac{\partial V_0}{\partial \rho_A} \right)^2 u^2(\rho_A) + \dots \right. \\ \left. \dots \left(\frac{\partial V_0}{\partial \rho_B} \right)^2 u^2(\rho_B) + \left(\frac{\partial V_0}{\partial \gamma} \right)^2 u^2(\gamma) + u^2(\delta V_{men}) + u^2(\delta V_{evap}) + u^2(\delta V_{rep}) \right]^{\frac{1}{2}} = 0,033 \mu\text{L}$$



Český institut pro akreditaci, o.p.s.
Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

Celkem 53 stran

Zpracoval:
Ing. Zdeňka Drdová

Datum zpracování:
31.10.2018

i) Počet stupňů volnosti

$$v_{eff} = \frac{u_V^4}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4}{V_i}} = 10, k=2,32$$

j) Rozšířená nejistota

$$U = k \times u(V_{20}) = 2,32 \times 0,033 = 0,077 \mu\text{L}$$

Při započítání vlivu operátora bude rozšířená nejistota:

$$u(\delta V_{op}) = \frac{\Delta op}{\sqrt{3}} = \frac{0,1}{\sqrt{3}} = 0,0577 \mu\text{L}$$

$$U = k \times u(V_{20}) = 2,32 \times 0,067 = 0,13 \mu\text{L}$$

Pokud tedy chceme mít výsledky reálnější, je potřebné započítat i vliv operátora a případně reprodukovatelnost mikropipet.

4.1.2. Kalibrace nádoby objemovou metodou

Hodnoty byly použity podle následující tabulky pro 1 sérii měření pro kalibraci objemové nádoby 25L podle následujících parametrů:

Měřená veličina	Hodnota	Jednotka
Hodnota kalibrované nádoby	25,03	L
Počet měření referenčním etalonem	5	
Chyba kalibrované nádoby	0,06	L
Objem referenčního etalonu při 20°C	5,02	L
Teplota referenčního etalonu	15,7	°C
Koeficient roztažnosti materiálu referenčního etalonu	0,000 009 9	1/°C
Teplota vody v kalibrované nádobě	15,6	°C
Koeficient roztažnosti vody	0,00015651	1/°C
Koeficient roztažnosti materiálu kalibrované nádoby	0,0000518	1/°C
Čtení menisku referenčního etalonu	-	L



Český institut pro akreditaci, o.p.s.
Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

Celkem 53 stran

Zpracoval:
Ing. Zdeňka Drdová

Datum zpracování:
31.10.2018

Měřená veličina	Hodnota	Jednotka
Čtení menisku kalibrované nádoby	0,01	L
Počet opakování měření	3	-
Dodatečné vlivy	0,00139	L
Opakovatelnost měření	0,0058	L

a) Nejistota referenčního etalonu

$$u(V_0) = \sqrt{n^2 \times u_{cal}(V_0)^2 + u_{drift}^2(V_0)} = 5 \times 0,0025 / 2 + 0 = 0,034 \text{ L}$$

kde je

n počet použití referenčního etalonu

$U_{cal}(V_0, i)$ nejistota objemu referenčního etalonu i použitého n krát, v L

$u_{drift}(V_0)$ posun referenčního etalonu mezi kalibracemi, v L

Uvažujeme stabilní referenční etalon:

$$u_{drift}(V_0) = \frac{\delta_{drift}(V_0)}{\sqrt{12}} = 0$$

b) Teplota vody v referenčním etalonu

$$u(t_{RS}) = \sqrt{u_{cal}^2(t_{RS}) + u_{rep}^2(t_{RS}) + u_{drift}^2(t_{RS}) + u_{\Delta t}^2(t_{RS})} = (0,01/2)^2 + (0,03/2)^2 + 0 = 0,030 \text{ L}$$

Kde je

$U_{cal}(t_{RS})$ je nejistota teploměru v referenčním etalonu, v °C = 0,01°C, k=2

$U_{rep}(t_{RS})$ je odchylka od střední hodnoty v sérii nezávislých měření, v °C=0,03°C, k=2

$U_{drift}(t_{RS})$ nejistota vlivu posunu z důvodu životnosti etalonu a měření teploty, v °C=0

$U_{\Delta t}(t_{RS})$ nejistota měření teploty způsobená rozdílem teploty mezi spodní a horní částí referenčního etalonu, v °C = 0

c) Teplota vody v kalibrované nádobě

$$u(t_{SCM}) = \sqrt{u_{cal}^2(t_{SCM}) + u_{drift}^2(t_{SCM}) + u_{\Delta t}^2(t_{SCM})} = (0,01/2)^2 + 0 + 0 = 0,05 \text{ L}$$

kde je



Český institut pro akreditaci, o.p.s.
Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

Celkem 53 stran

Zpracoval:
Ing. Zdeňka Drdová

Datum zpracování:
31.10.2018

- $U_{cal}(t_{SCM})$ nejistota teploměru v referenčním etalonu, v °C = 0,01°C (k=2)
 $U_{drift}(t_{SCM})$ nejistota vlivu posunu z důvodu životnosti kalibrované nádoby a měření teploty, v °C = 0
 $U_{\Delta t}(t_{SCM})$ nejistota měření teploty způsobená rozdílem teploty mezi spodní a horní částí v kalibrované nádobě, v °C = 0

d) Koeficient roztažnosti materiálu

Koeficient tepelné roztažnosti referenčního etalonu (sklo - $\gamma = 9,9 \times 10^{-6} / ^\circ \text{C}$) a kalibrované nádoby (nerez - $\gamma = 51,8 \times 10^{-6} / ^\circ \text{C}$) s rozšířenou nejistotou 5%; předpokládá se obdélníkové rozdělení pravděpodobnosti. Relevantní standardní nejistotu vypočítáme:

$$u(\gamma_{RS}) = \frac{u(\gamma_{RS})}{\sqrt{3}} = \frac{0,0000099/100 \times 5}{\sqrt{3}} = 1,50 \cdot 10^{-6} \quad \text{L}$$

$$u(\gamma_{SCM}) = \frac{u(\gamma_{SCM})}{\sqrt{3}} = \frac{0,0000518/100 \times 5}{\sqrt{3}} = 2,86 \cdot 10^{-7} \quad \text{L}$$

e) Koeficient roztažnosti vody

$$u(\beta) = \frac{u(\beta)}{\sqrt{3}} = \frac{(0,00015651 / 100) \times 5}{\sqrt{3}} = 4,52 \cdot 10^{-6} \quad \text{L}$$

$$t = \frac{t_{RS} + t_{SCM}}{2} = (15,7 + 15,6) / 2 = 15,65 \text{ } ^\circ \text{C}$$

f) Operátor, čtení menisku

$$u(\delta V_{resSCM}) = \frac{\delta V_{resSCM}}{\sqrt{3}} = \frac{0,01}{\sqrt{3}} = 0,0037 \quad \text{L}$$

g) Ostatní vlivy



Český institut pro akreditaci, o.p.s.
Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

Celkem 53 stran

Zpracoval:
Ing. Zdeňka Drdová

Datum zpracování:
31.10.2018

Využijeme vlivy uvedené v tabulce:

Jmenovitý objem	2 L	5 L	10 L	20 L	50 L	100 L	200 L	400 L	500 L	1000 L
Vzduchové bubliny ve vodě (mL)	0,02	0,05	0,1	0,2	0,5	1	2	4	5	10
Ztráta vypařováním (mL)	0,03	0,014	0,25	0,51	1,3	2,6	5,2	10,4	13	26
Zbytkové množství vody (mL)	0,24	0,45	0,55	0,68	1,7	3,4	6,8	13,6	17	34

Odhady příspěvků z dodatečných vlivů nejistoty závisí na jmenovitém objemu kalibrované nádoby, jsou to vzduchové bubliny ve vodě; ztráta způsobená vypařováním, zbytkové množství vody

$$u(\delta V_{addSCM}) = (0,2 + 0,51 + 0,68)/1000 = 0,00139 \text{ L}$$

h) Opakovatelnost

$$u(\delta V_{repSCM}) = \frac{s(V_t)}{\sqrt{n}} = \frac{0,0058}{\sqrt{3}} = 0,0033 \text{ L}$$

kde je

$s(V_t)$ směrodatná odchylka série nezávislých měření objemu v L

n počet opakování kalibrace



Český institut pro akreditaci, o.p.s.
Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3

Celkem 53 stran

Zpracoval:
Ing. Zdeňka Drdová

Datum zpracování:
31.10.2018


V dalším kroku vypočítáme citlivostní koeficienty, hodnoty dílčích nejistot a rozšířenou nejistotu měření, tak jak je uvedeno v následující bilanční tabulce:

Dílčí nejistota $u(x_i)$	Zdroj nejistoty	Objem standardní nejistoty	Citlivostní koeficient	Hodnota dílčí nejistoty
$u(V_0)$	Objem referenčního etalonu při 20°C	0,033 930 22	0,999 944 4	0,033 928 3
$u(t_{RS})$	Teplota referenčního etalonu	0,030 413 813	-0,000 736	$2,238 \cdot 10^{-05}$
$u(t_{SCM})$	Teplota vody v kalibrované nádobě	0,005	0,002 620 9	$1,31 \cdot 10^{-05}$
$u(\gamma_{RS})$	Koeficient roztažnosti materiálu- referenční etalon	$2,857 88 \cdot 10^{-07}$	-107,629	$3,076 \cdot 10^{-05}$
$u(\gamma_{SCM})$	Koeficient roztažnosti materiálu - kalibrovaná nádoba	$1,495 34 \cdot 10^{-06}$	-15,018	$2,246 \cdot 10^{-05}$
$u(\beta)$	Koeficient roztažnosti voda	$4,518 05 \cdot 10^{-06}$	-2,503	$1,131 \cdot 10^{-05}$
$u(\delta V_{menSCM})$	Čtení menisku kalibrované nádoby	0,003 675 487	1	0,003 675 5
$u(\delta V_{rep})$	Opakovatelnost měření	0,003 333 333	1	0,003 333 3
$u(\delta V_{add})$	Dodatečné vlivy	0,001 39	1	0,001 39

$$u(V_t) = \left[\left(\frac{\partial V_t}{\partial V_0} \right)^2 \times (u(V_0))^2 + \left(\frac{\partial V_t}{\partial t_{RS}} \right)^2 \times (u(t_{RS}))^2 + \left(\frac{\partial V_t}{\partial t_{SCM}} \right)^2 \times (u(t_{SCM}))^2 + \left(\frac{\partial V_t}{\partial \gamma_{RS}} \right)^2 \times (u(\gamma_{RS}))^2 + \left(\frac{\partial V_t}{\partial \gamma_{SCM}} \right)^2 \times (u(\gamma_{SCM}))^2 + \left(\frac{\partial V_t}{\partial \beta} \right)^2 \times (u(\beta))^2 + (u(\delta V_{men}))^2 + (u(\delta V_{rep}))^2 + (u(\delta V_{add}))^2 \right]^{\frac{1}{2}} = 0,042 \text{ L}$$

i) Rozšířená nejistota měření

$$U = k \times u(V_0) = 0,042 \times 2 = 0,085 \text{ L (0,34\%)}$$

 NÁRODNÍ AKREDITAČNÍ ORGÁN	Český institut pro akreditaci, o.p.s. Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3	Celkem 53 stran
		Zpracoval: Ing. Zdeňka Drdová
		Datum zpracování: 31.10.2018


5. Shrnutí

Úkol navázal na úkol PRM č. VII/5/17 *Podklad pro průběžné sjednocování výpočtu CMC v akreditovaných kalibračních laboratořích v oboru teplota*.

Při řešení úkolu byly stanoveny a kategorizovány vlivy na nejistotu měření statického objemu. Výsledný dokument je určen jako podklad pro sjednocování pohledu na význam a vliv jednotlivých příspěvků k nejistotě měření objemu a jejich správné vyhodnocování v kontextu dané laboratoře a má sloužit harmonizační nástroj pro odborné posuzovatele v oboru, laboratoře i jejich zákazníky. Podrobný přehled jednotlivých příspěvků v rozpočtu nejistot je vztažen na nejběžnější typ kalibrovaných měřidel a i s uvedeným příkladem výpočtu má pomoci rychlé orientaci především odborných posuzovatelů a pracovníků kalibračních laboratoří. Obsah zprávy je také základem pro přípravu prezentace pro seminář, který ČIA plánuje uspořádat pro akreditované subjekty a odborné posuzovatele v první polovině roku 2019.


Odborná část textu bude po drobných úpravách použita jako základ části textu článku pro časopis Metrologie. Řešitelé předpokládají, že tento článek zahrne i výsledky paralelně řešeného úkolu PRM č. VII/05/18 *Podklad pro průběžné sjednocování výpočtu CMC v akreditovaných kalibračních laboratořích v oboru tlak*, jehož východiska a účel a smysl je shodný, ovšem definitivní podoba článku bude záviset na prostoru a podmínkách, které redakce časopisu poskytne.

Jak z předložené zprávy vyplývá, řešení úkolu probíhalo v souladu se zadáním s cílem připravit základní dokumenty pro usnadnění posuzování a vůbec pohledu na stanovování hodnot CMC v oboru teplota, aby bylo možné lépe prokázat jednotný způsob posuzování kalibračních laboratoří a minimalizoval se osobní vliv jednotlivých odborných posuzovatelů, přestože určitá míra individuálního přístupu je nevyhnutelná a zůstane součástí posuzování i nadále.

 NÁRODNÍ AKREDITAČNÍ ORGÁN	Český institut pro akreditaci, o.p.s. Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3	Celkem 53 stran
		Zpracoval: Ing. Zdeňka Drdová
		Datum zpracování: 31.10.2018

6. Závěr

Takto koncipovaný úkol rozvoje metrologie i jeho řešení lze po oponentním řízení prohlásit za řádně dokončený a naplněný s tím, že je možné uhradit náklady na řešení úkolu čerpané v souladu s návrhem uvedeným v plánovacím listu.

 NÁRODNÍ AKREDITAČNÍ ORGÁN	Český institut pro akreditaci, o.p.s. Olšanská 54/3, 130 00 Praha 3	Celkem 53 stran
		Zpracoval: Ing. Zdeňka Drdová
		Datum zpracování: 31.10.2018

7. Použitá literatura

- [1.] JCGM 100:2008 (GUM), Evaluation of measurement data – guide to the expression of uncertainty in measurement, September 2008
- [2.] JCGM 200:2012 (VIM), International Vocabulary of Metrology – Basic and General Concepts and Associated Terms, 3rd edition with minor corrections, 2012
- [3.] ISO 3696 (1987) – Water for analytical laboratory use: specification and test methods
- [4.] ISO 4787 - Laboratory glassware - Volumetric glassware - Methods for use and testing of capacity; Genève 2010
- [5.] Batista, E., Paton R. The selection of water property formulae for volume and flow calibration, Metrologia, 2007, 44, 453-463
- [6.] Tanaka, M., et. al; Recommended table for the density of water between 0 °C and 40 °C based on recent experimental reports, Metrologia, 2001, 38, 301-309
- [7.] A. Picard, R.S. Davis, M. Glaser and K Fujii, " Revised formula for the density of moist air Metrologia, 2008, Vol. 45, p 149-145
- [8.] EURAMET guide cg 18 (2015) - Guidelines on the calibration of non-automatic weighing instruments
- [9.] F. Spieweck; H. Bettin, Review: Solid and liquid density determination", Tm-Technisches Messen 59(1992) 7/8
- [10.] EURAMET guide cg 21 (2013) - Guidelines on the calibration of standard capacity measures using the volumetric method
- [11.] OIML R 111 (2004) - Weights of classes E1, E2, F1, F2, M1, M2, M3
- [12.] Guidelines on the determination of uncertainty in gravimetric volume calibration, EURAMET cg-19, Verze 3.0 (12/2017)
- [13.] ISO 8655 - Piston-operated volumetric apparatus
- [14.] ISO 8655/6 - Gravimetric methods for the determination of measurement error