

PŘÍSPĚVEK K NEJISTOTÁM VÝSLEDKŮ MĚŘENÍ

JIŘÍ MILITKÝ ,

Katedra textilních materiálů, Technická universita v Liberci,

MILAN MELOUN,

Katedra analytické chemie, Universita Pardubice, Pardubice

1. Úvod

Je známo, že měření a interpretace výsledků měření je základem jak přírodních tak i technických věd. Žádné měření není úplně perfektní, protože probíhá na přístrojích s omezenou přesností konstruovaných podle přibližných měřicích principů a v průběhu měření se vyskytuje řada nekonstantních podmínek. V řadě případů je integrální součástí měřicího řetězce také člověk jako zdroj subjektivity resp. nepřesnosti. V praxi jsou tedy měření zatížena celou řadou různých šumů označovaných obvykle jako chyby resp. systematických vychýlení (bias). Tyto šумы pak způsobují rozptýlení měřených hodnot a jsou zdrojem nepřesnosti výsledků. Způsob kombinace jednotlivých chyb je specifikován modelem jejich působení.

Účelem měření je v nejjednodušším případě stanovení jedné (měřené) veličiny. Výsledky měření jsou pak vyjádřeny pomocí vhodného odhadu skutečné (neznámé) hodnoty a odpovídající míry nejistoty. související s modelem působení chyb resp. vychýlením.

Klasická statistika (vycházející z definice pravděpodobnosti jako limity relativní četnosti) poskytuje aparát pro vyjádření nejistoty jako intervalu spolehlivosti parametru μ .

Vyjádření nejistot publikované v příručkách [1,2] je filosoficky blíže subjektivní definici **pravděpodobnosti jako stupni důvěry (víry)**. Tato pravděpodobnost pak souvisí spíše s nedostatkem znalostí než s výsledkem opakovaného experimentu.

V této práci je porovnán přístup presentovaný v příručce EURACHEM [1] resp. příručce NIST [2] a doporučený ISO s klasickým statistickým přístupem vycházejícím z metody maximální věrohodnosti [5,6]. V těchto materiálech je řada informací ve formě návodu, bez hlubšího objasnění toho, za jakých předpokladů lze postupy bezpečně použít. V práci [9] je provedeno porovnání postupu ISO se statistickým přístupem ke tvorbě intervalů spolehlivosti. V této práci jsou uvedeny souvislosti mezi nejistotami měření používanými v souladu s ISO a nejistotami používanými ve statistické analýze dat, Jsou ukázány zjednodušení přístupu ISO a možné zdroje nepřesností způsobené neplatností některých apriorních předpokladů o chování dat.

2. Nejistoty a jejich vyjádření

Při analýze experimentálních dat jde vlastně o odhad parametrů pravděpodobnostního modelu, který definuje působení poruch resp. vztah k externím proměnným ovlivňujícím variabilitu měření. Výsledkem statistické analýzy jsou pak odhady parametrů těchto pravděpodobnostních modelů. Přirozenou otázkou je, jaká je spolehlivost těchto odhadů. Ta se vyjadřuje standardně pomocí intervalů spolehlivosti označované také jako intervaly nejistot (jsou li všechny zdroje variability měřitelné). Pro případ, kdy jdou některé zdroje variability neměřitelné se používá analogická konstrukce intervalů nejistot (variabilita se odhaduje subjektivně, na základě zkušeností). Kvalita odhadů parametrů a tedy kvalita intervalů nejistot souvisí obecně s:

- Kvalitou dat
- Použitým modelem
- Použitou metodou odhadu parametrů

Zde se omezíme na jednoduché pravděpodobnostní modely tzv. přímých a nepřímých měření. Popsané postupy lze však bez problémů přímo použít pro komplikovanější modely např., regresního typu.

Základní model přímých měření má tvar

$$x = \mu + \varepsilon \quad (1)$$

Parametrem je zde především střední hodnota μ , **výsledek měření** je x a **chyba** ε má charakteristiky $E(\varepsilon)=0$ a $D(\varepsilon)=\sigma^2$. Druhým parametrem je obvykle rozptyl chyb σ^2 (totožný u tohoto modelu s rozptylem měření).

Nejistota měření je pak vyjádřena jako $x \pm u$, kde u je násobek σ . tj. $u = k * \sigma$. Pro:

- $k=1$přibližně 65% interval spolehlivosti (IS)
- $k=2$přibližně 95% interval spolehlivosti (IS)

Rozšířený model přímých měření má tvar

$$x = \mu + b + \varepsilon \quad (1a)$$

Systematické vychýlení (bias) b se často odhaduje intervalem $a - d \leq b \leq a + d$. (častý je expertní odhad parametrů a, b).

Nejistota měření $(x-a) \pm (1.96 * \sigma + d)$ –ortodoxní americký přístup (NIST, NPL). Náhodná a systematická složka se zpracovávají zvlášť

Nejistota výsledku, tj odhadu $\hat{\mu}$ střední hodnoty měření. IS

$$P(a^- \leq \mu \leq a^+) = 1 - \alpha$$

BIMP (International Bureau of weights and measures) 1980 přijalo pět pravidel pro vyjadřování nejistoty

ISO vychází z obecného modelu nepřímých měření $\mu = f(\bar{x}, \bar{z})$.

$\bar{x} = (x_1, \dots, x_p)$ jsou měřené veličiny (nejistoty určené statisticky z odhadů rozptylů $s_{x_i}^2$). **Typ A**

$\bar{z} = (z_1, \dots, z_R)$ jsou neměřené (-telné) Expertní odhad rozptylů $s_{z_i}^2$ **Typ B**.

Odhad $D(\hat{\mu})$ je z Taylorova rozvoje

$$D(\hat{\mu}) = \sum_i c_i^2 * s_{x_i}^2 + \sum_j e_j^2 * s_{z_j}^2$$

$$\text{kde } c_i = \frac{\partial f(\bar{x}, \bar{z})}{\partial x_i} \quad \text{a} \quad e_j = \frac{\partial f(\bar{x}, \bar{z})}{\partial z_j}$$

Efektivní stupně volnosti

$$v_{eff} = \frac{D(\hat{\mu})^2}{\sum_i c_i^4 * s_{x_i}^4 / v_i}$$

Interval spolehlivosti je pak $\hat{\mu} \pm t(v_{eff})_{1-\alpha/2} * \sqrt{D(\hat{\mu})}$

Pro rozšířený model viz (2) platí $\mu = x_1 - z_1$ a pokud je vychýlení z_1 z intervalu $a - d \leq z_1 \leq a + d$ vyjde

Nejistota měření ISO

$$(x_1 - a) \pm 1.96 * \sqrt{(\sigma_{x_1}^2 + d^2 / 3)}$$

Nejistota měření ortodoxní (konzervativní)

$$(x_1 - a) \pm (1.96 * \sigma_{x_1} + d)$$

3. Historický vývoj vyjadřování nejistot

1969 US Air Force typ nejistot A (statistická) B (nestatistická)

$$U = \pm [u_B + s_{\bar{x}} * t_{0.95}]$$

$$1985 \text{ ASME } U = \pm \sqrt{[u_B^2 + (s_{\bar{x}} * t_{0.95})^2]}$$

$$1993 \text{ ISO } U = \pm k \sqrt{[u_B^2 + u_A^2]}$$

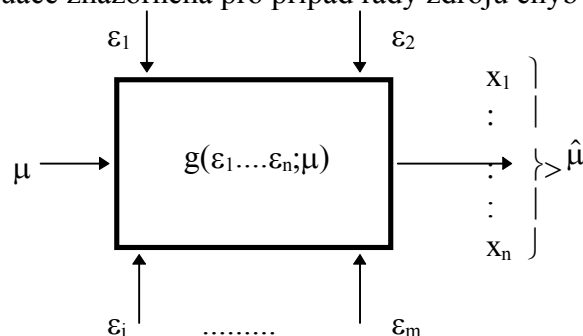
Příklad komplexního zpracování úlohy stanovení nejistot složitých měření je uveden v práci [10]. Tento postup, kdy se vyčíslují individuálně jednotlivé dílčí nejistoty se označuje jako „bottom up“. Při holistickém přístupu se seskupují zdroje nejistot dle skupin (přesnost, správnost, příprava vzorků, další vlivy) a většina variability ve skupinách se určuje ze speciálních experimentů [10].

4. Nejistoty výsledků měření

Je zřejmé, že tento problém je možno řešit na základě různých přístupů. Konkrétně zvolený přístup je silně závislý na předpokladech o vzniku a vlastnostech jednotlivých nejistot.

I. Přímá měření

Schematicky je tato situace znázorněna pro případ řady zdrojů chyb na obr. 1



Obr. 1 Blokové schéma měřicího systému pro přímá měření

Zde μ je měřená veličina, $\varepsilon_1, \varepsilon_2, \dots, \varepsilon_m$ jsou šumové složky (externí zdroje nejistot) a funkce $g(\varepsilon_1, \varepsilon_2, \dots, \varepsilon_m, \mu)$ souvisí s modelem působení šumových složek (aditivní, multipikativní atd.)

Standardní statistická analýza

- a) Odhad veličiny μ (bodový)
- b) Odhad rozptylu $D(\hat{\mu})$
- c) Odhad intervalu spolehlivosti (IS) pro μ
- d) Odhad vychýlení $b = E(\mu - \hat{\mu})$

Obecně je třeba připustit, že odhad je vychýlený tj. střední hodnota $E(\hat{\mu}) \neq \mu$. Pak je mírou celkové variability střední kvadratická chyba MSE, pro kterou platí

$$MSE = E(\mu - \hat{\mu})^2 = E[\mu - E(\hat{\mu})]^2 + E[\hat{\mu} - E(\hat{\mu})]^2 = D(\hat{\mu}) + b^2$$

Jde tedy o součet rozptylu a čtverce vychýlení.

Analýza nejistot podle ISO

a) *Odhad veličiny μ (bodový)*: Neuvádí se speciálně, ale zřejmě se používá model

$$x_i = \mu + \sum_{i=1}^m \varepsilon_i \quad (1).$$

kde šumy mají nulové střední hodnoty $E(\varepsilon_i) = 0$ a konstantní rozptyly $D(\varepsilon_i) = \sigma_i^2$. Pak rezultuje známý odhad

$$\hat{\mu} = \bar{x}$$

b) *Odhad rozptylu $D(\hat{\mu})$* Předpokládá se nezávislost (resp. pouze lineární závislost) ε_i

Standardní nejistota typu A u_{Ai} tj. směrodatná odchylka *měřené* šumové složky se počítá standardně jako odmocnina z výběrového rozptylu. Pro posouzení toho, zda data obsahují ne Gaussovské šumy, které omezují použití klasické statistiky lze využít Alanova odhadu rozptylu

$$\sigma_A^2 = \frac{1}{2 * (n - 1)} \sum_{i=1}^{n-1} (x_{i+1} - x_i)^2$$

kdy se předpokládá, že data jsou setříděna s ohledem na čas měření. Pokud platí, že

$$\frac{s^2}{\sigma_A^2} \leq 1 + \frac{1}{\sqrt{n}}$$

převažuje Gaussovský šum a data lze zpracovat standardním postupem. Nejistota zde souvisí s kolísáním měření kolem neznámé pevné střední hodnoty

Standardní nejistota typu B u_{Bi} tj. směrodatná odchylka *neměřené* (v experimentu nesledované) šumové složky se odhaduje jako směrodatná odchylka odpovídající jejímu apriorně vybranému rozdělení. Zde je základním kamenem úrazu, které složky vzít v úvahu a jaký jim přiřadit význam. Jsou známy příklady z elektroniky, kdy mezinárodní porovnání jednoduchého měření v akreditovaných laboratořích vedlo k výsledkům odlišným až o dva řády [11]. Zahrnutí nevýznamných zdrojů nejistot může celý proces výpočtu komplikovat bez docílení zlepšení. Hodně zde záleží na praktických znalostech o měřeném procesu.

Řada odhadů nejistot typu B volí apriorní rovnoměrné, trojúhelníkové, lichoběžníkové nebo normální rozdělení. Nejistota zde souvisí s kolísáním měření kolem neznámého parametru.

Místo odhadu $D(\hat{\mu})$ se používá kombinovaná standardní nejistota u_c vycházející z platnosti výše uvedeného aditivního modelu (1).

$$u_c^2 = \sum u_{Ai}^2 + \sum u_{Bi}^2$$

Pro závislé zdroje nejistot se ještě přičítají kovariance. Pokud vzniká nejistota typu B jako součet dílčích zdrojů se stejným rovnoměrným rozdělením vede rychle výsledné rozdělení k rozdělení blízkému k normálnímu. Pro případy různých rozdělení mohou být výsledná rozdělení bimodální, typu U atd. [11].

c) *Odhad intervalu spolehlivosti (IS) pro μ* : Předpokládá se přibližná normalita, zřejmě plynoucí z centrální limitní věty. Rozšířená nejistota (formálně poloviční šířka intervalu spolehlivosti pro μ) je $U = 2u_c$. Pokud některé standardní nejistoty dominují již představa normality z centrální limitní věty nefunguje dobře.

d) *Odhad vychýlení $b = E(\mu - \hat{\mu})$* : Standardně se neuvažuje s tím, že je vychýlení odstraněno v rámci metody měření.

Postup výpočtu nejistot pro případy, kdy vychýlení b eliminováno není.

$$U_+ = U - b \text{ pro } U - b > 0 \text{ resp. } U_+ = 0$$

$$U_- = U + b \text{ pro } U + b > 0 \text{ resp. } U_- = 0$$

To vede k nesymetrickému intervalu spolehlivosti.

II. Nepřímá měření

Výsledek analýzy $y = f(\mu_1, \dots, \mu_M)$

Zde $f(\mu_1, \dots, \mu_M)$ je známá funkce skutečných hodnot výsledků přímých měření μ_1, \dots, μ_M (Např. měříme poloměr a chceme znát plochu příčného řezu kruhových vláken).

K dispozici jsou odhady parametrů ($\hat{\mu}_1, \hat{\mu}_2, \dots, \hat{\mu}_M$) a odhady rozptylů resp. čtverců nejistot $D(\hat{\mu}_1), D(\hat{\mu}_2), \dots, D(\hat{\mu}_M)$.

Standardní statistická analýza

- a) *Odhad y z odhadů $\hat{\mu}_i$ $i=1, \dots, M$*
- b) *Odhad rozptylu $D(\hat{y})$*
- c) *Odhad intervalu spolehlivosti pro y*

Analýza nejistot podle ISO

Odhad y z odhadů $\hat{\mu}_i$ $i=1, \dots, M$: Neřeší se přímo, ale zřejmě se příliš aproximativně předpokládá $\hat{y} = f(\hat{\mu}_1, \hat{\mu}_2, \dots, \hat{\mu}_M)$.

a) *Odhad rozptylu $D(\hat{y})$* : Je vlastně rozšířená nejistota $u(y)$. Vychází se z předpokladu, že $f(\underline{x})$ lze nahradit linearizací Taylorovým rozvojem v okolí $\underline{\mu}$.

$$y = f(\underline{x}) \approx f(\underline{\mu}) + \sum_{i=1}^M \left(\frac{\partial f(\cdot)}{\partial x_i} \right) (x_i - \mu_i)$$

$$\underbrace{D(y)}_{u^2(y)} \approx \sum_{i=1}^M \left(\frac{\partial f(\cdot)}{\partial x_i} \right)^2 \cdot \underbrace{D(x_i)}_{u^2(x_i)} + \text{cov}(\dots)$$

$D(y)$ se označuje jako zákon šíření nejistot. V případě že zdroje nejistot jsou lineárně závislé provádí se korekce s využitím kovariancí $\text{cov}(\dots)$.

Linearizace může být v řadě případů velmi nepřesná, zejména co se týče intervalů spolehlivosti (rozšířené nejistoty).

b) *Odhad intervalu spolehlivosti pro y*: Předpokládá se téměř vždy nekorektně přibližná normalita. (Nelineární funkce normálně rozdělených náhodných veličin již normální rozdělení nemá !!).

c) Polovina 95 % - ního intervalu spolehlivosti, resp. *rozšířená nejistota* je $U = 2 \cdot u(y)$. Zde 2 resp. přesněji 1,98 je kvantil normovaného normálního rozdělení. Pro nelineární transformaci však rezultují nesymetrická rozdělení, což vede k nesymetrickému intervalu spolehlivosti.

Ve speciálních případech (např. stopová analýza) to může výrazně ovlivnit závěry (pro pozitivně zešikmená rozdělení vyjde ve směru k nižším hodnotám korektnější interval užší a ve směru k vyšším hodnotám širší).

5. Poznámky k nejistotám

A. Terminologické rozdíly

ISO

Statistika klasická

Standardní nejistota A..... směrodatná odchylka měřené šumové složky

Standardní nejistota B.....směrodatná odchylka (odhadnutá) neměřené šumové složky

Kombinovaná nejistotasměrodatná odchylka funkce y

Rozšířená nejistotapolovina intervalu spolehlivosti

Faktor pokrytíkvantil normovaného normálního rozdělení

Rozdíly nejsou na závadu, pokud se naleznou a přesně uvedou rozumné důvody proč je potřeba volit vlastní názvosloví.

B. Statistické předpoklady

Vychází se z těchto striktních předpokladů:

a) **aditivní model měření resp. působení šumových složek (zdrojů nejistot)**. Přitom je známo, že speciálně v analytické chemii se pracuje se zešikmenými rozděleními a chyby jsou spíše multiplikativní. Pro tento případ je výhodnější pracovat v logaritmech původních dat. V práci [7] je pro tyto případy doporučena tzv. faktorová transformace kdy se data vyjadřují jako podíly (data se dělí výběrovým mediánem a pro výsledky menší než 1 se použijí reciproké hodnoty).

b) **konstantní rozptyl měření (resp. zdrojů nejistot)**. Ve většině případů jsou zejména nejistoty typu A odpovídající konstantním relativním chybám, tedy rozptyl není konstantní.

c) **normalita nelineární funkce normálně rozdělených proměnných** (pro určení rozšířené nejistoty resp. intervalu spolehlivosti - IS). Pro silně nelineární funkce jako jsou podíly je výhodné použít počítačově intenzivních postupů typu Bootstrap [1].

d) **nekorelovanost měření.** V případech, kdy nelze vyloučit korelaci mezi proměnnými je vždy lepší volit krajní variantu lineární závislosti a získat odhad pro nejhorší případ.

e) **malá nelinearita $f(x)$ umožňující použití linearizace.** Řešení pro silně nelineární funkce je opět v použití metod typu Bootstrap.

Dále je zde nekorektnost při konstrukci a interpretaci U (resp. IS). Klasická statistika vede k tomu, že pro $n \rightarrow \infty$ je $100(1-\alpha)$ %ní IS parametru μ roven

$$\hat{\mu} \pm u_{1-\alpha/2} \cdot \sqrt{D(\hat{\mu})}.$$

Při výpočtu pomocí nejistot není vlastně kombinovaná nejistota u_c^2 pouze odhadem rozptylu $D(\hat{\mu})$, ale obsahuje další složky.

Rozšířená nejistota je **systematicky vyšší** než polovina intervalu spolehlivosti, hodnota 2 nezajišťuje přibližně 95% ní pokrytí a interpretace takového intervalu je nesnadná.

Také směrodatné odchylky, které se používají jako standardní nejistoty typu A jsou odhadem jehož přesnost závisí na počtu měření. Pro normálně rozdělená data platí, že

$$D(u_A) \approx \frac{\sigma}{\sqrt{2(n-1)}}$$

V práci [8] je zavedena standardní relativní nejistota nejistoty typu A jako

$$u_S = 100 / \sqrt{2(n-1)}$$

a rozšířená standardní nejistota U_S jako polovina odpovídajícího intervalu spolehlivosti. Tento přístup dovoluje posoudit přesnost odhadu nejistot.

6. Příklad

Účelem je stanovit nejistotu měření teploty rtuťovým teploměrem dle specifikace nejistot **typu B**

Zdroje nejistot typu B

x_1	chyba teploměru (dle údajů výrobce)	$[\pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}]$
x_2	nejistota kalibrace (dle údajů výrobce)	$[\pm 1 \text{ }^\circ\text{C}]$
x_3	nejistota odečtu teploty (odhad)	$[\pm 0,25 \text{ }^\circ\text{C}]$

Předpoklad rovnoměrného rozdělení nejistot v daném intervalu

Nejistota pro zdroj x_1 je $\sigma_{x1} = 0,5774 * 0,1 = 0,05774 \text{ }^\circ\text{C}$

Nejistota pro zdroj x_2 $\sigma_{x2} = 0,5774 * 1 \text{ }^\circ\text{C}$

Nejistota pro zdroj x_3 $\sigma_{x3} = 0,14435 \text{ }^\circ\text{C}$

Kombinovaná nejistota (celková chyba) - nekorelované zdroje nejistot

$$\sigma_c = \sqrt{\sigma_{x1}^2 + \sigma_{x2}^2 + \sigma_{x3}^2} = 0,59796$$

Rozšířená nejistota $U = 2 * \sigma_c = 1,1958 \text{ }^\circ\text{C}$

Kombinovaná nejistota (celková chyba) - korelované zdroje nejistot

$$\sigma_c = \sigma_{x_1} + \sigma_{x_2} + \sigma_{x_3} = 0,77949$$

$$\text{Rozšířená nejistota } U = 2 * \sigma_c = 1,5588 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Předpoklad trojúhelníkového rozdělení nejistot v daném intervalu

Nejistota pro zdroj x_1 $\sigma_{x_1} = 0,4072 \cdot 0,1 = 0,04072 \text{ } ^\circ\text{C}$

Nejistota pro zdroj x_2 $\sigma_{x_2} = 0,4072 \text{ } ^\circ\text{C}$

Nejistota pro zdroj x_3 $\sigma_{x_3} = 0,1018 \text{ } ^\circ\text{C}$

Kombinovaná nejistota (celková chyba) - nekorelované zdroje $\sigma_c = 0,422$

$$\text{Rozšířená nejistota } U = 2 * \sigma_c = 0,843 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Kombinovaná nejistota (celková chyba) - korelované zdroje $\sigma_c = 0,5497$

$$\text{Rozšířená nejistota } U = 2 * \sigma_c = 1,099 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Nepřesnost volby rozdělení nejistot nehraje zřejmě rozhodující roli. Projevuje se zejména možná korelace mezi zdroji nejistot. Navíc je velmi pravděpodobné, že zdroje nejistot x_1 a x_2 budou působit jako systematické odchylky a tedy povedou k nesymetrickým intervalům nejistot

7. Závěr

Je patrné, že výpočet nejistot, jak je navržen ISO a EURACHEM je použitelný jen za speciálních předpokladů o působení poruch, typu modelované funkce a zdrojích nejistot. Pro složitější situace je vždy lépe nejdříve nalézt vhodný model měření a v jeho rámci pak provádět stanovení intervalu neurčitosti. Také problém náhodných a systematických neexperimentálních chyb není ještě uspokojivě dořešen.

Poděkování: Tato práce vznikla s podporou grantu GAČR 106/01/0565

8. Literatura

- [1] Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, EURACHEM 1995
- [2] Taylor B., Kuyatt CH.E. : Guidelines for Evaluation and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results, NIST Tech. Note 1297, 1994
- [3] D Agostini G. : Probability and Measurement Uncertainty in Physic, Rept. DESY 95-242, Roma December 1995
- [4] Phillips S.D., Eberhart K. R., Parry B.: Guidelines for Expressing the Uncertainty of Measurement Results Containing Uncorrected Bias, J. Res. Natl. Inst. of Standards **102**, 577 (1997)
- [5] Meloun M., Militký J., Forina M.: Chemometrics for Analytical Chemistry, vol I, Ellis Horwood, Chichester, 1992
- [6] Meloun M., Militký J.: Zpracování experimentálních dat, Plus Praha 1994
- [7] Hill A.R.C., Holst Ch.: The Analyst **126**,2044,2053 (2001)
- [8] Kuselman I.: Accred. Qual. Assur. **3**, 131 (1998)
- [9] Geysler L. J.: Statistical Science **13**, 277 (1998)
- [10] Maroto A., a kol.: Accred. Qual. Assur. **7**, 90 (2002)
- [11] Martens H.J.: Optics and laser Engineering in print (2002)
- [12] Horsky J.: Standardizace 2001