



REPUBLIKA SLOVENIJA
MINISTRSTVO ZA GOSPODARSTVO, TURIZEM IN ŠPORT
URAD RS ZA MEROSLOVJE

Določanje merilne negotovosti prostornine tekočin

Matej Grum, Urad RS za meroslovje

Ljubljana, 22. 11. 2023

Vsebina

- Uvod o negotovosti
- Osnovni izrazi
- Statistične porazdelitve
- Ovrednotenje merilne negotovosti
 - Model merilnega procesa
 - Viri negotovosti vhodnih veličin
 - Izpeljava negotovosti rezultata
- Podajanje rezultatov

Negotovost meritve

➤ Izziv za začetek: koliko sem visok?

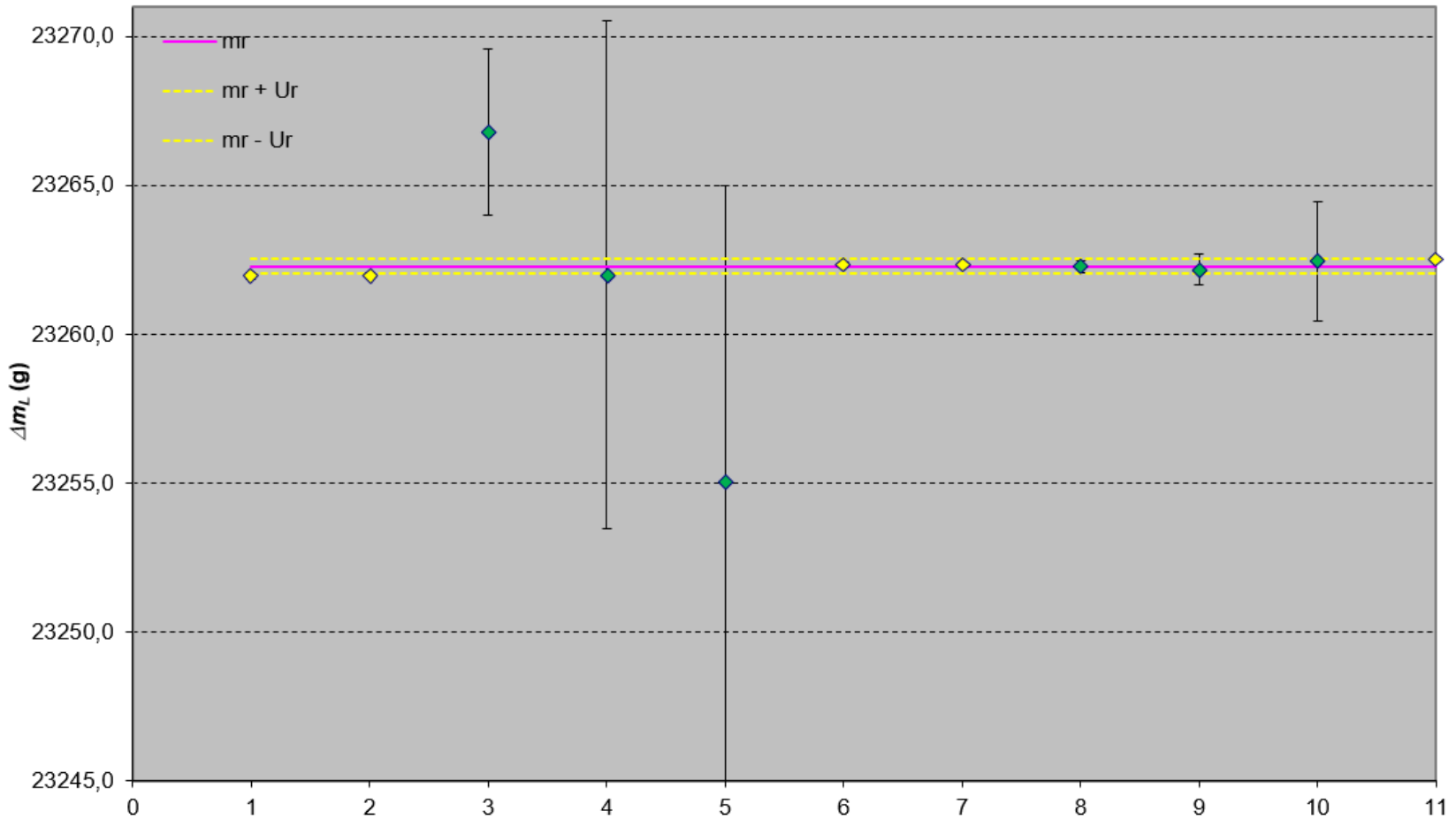
➤ Načini ocene:

- „na uč“,
- znani podatki,
- primerjava z znano višino,
- meritve
- ...

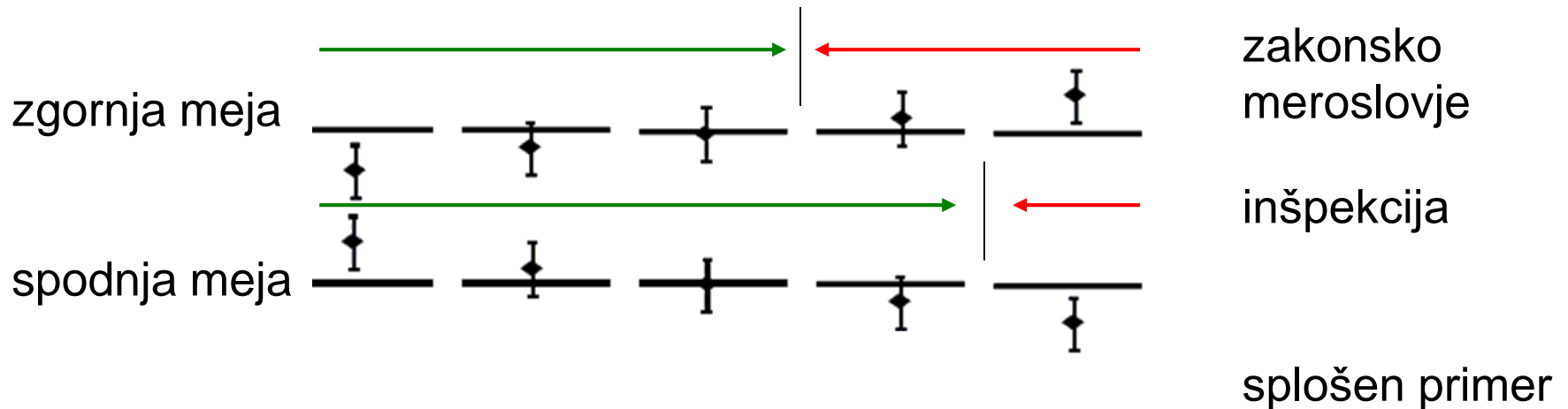


- *“Parameter, ki je povezan z merilnim rezultatom in označuje raztros vrednosti, ki jih je mogoče upravičeno pripisati merjeni veličini.” [VIM, GUM]*

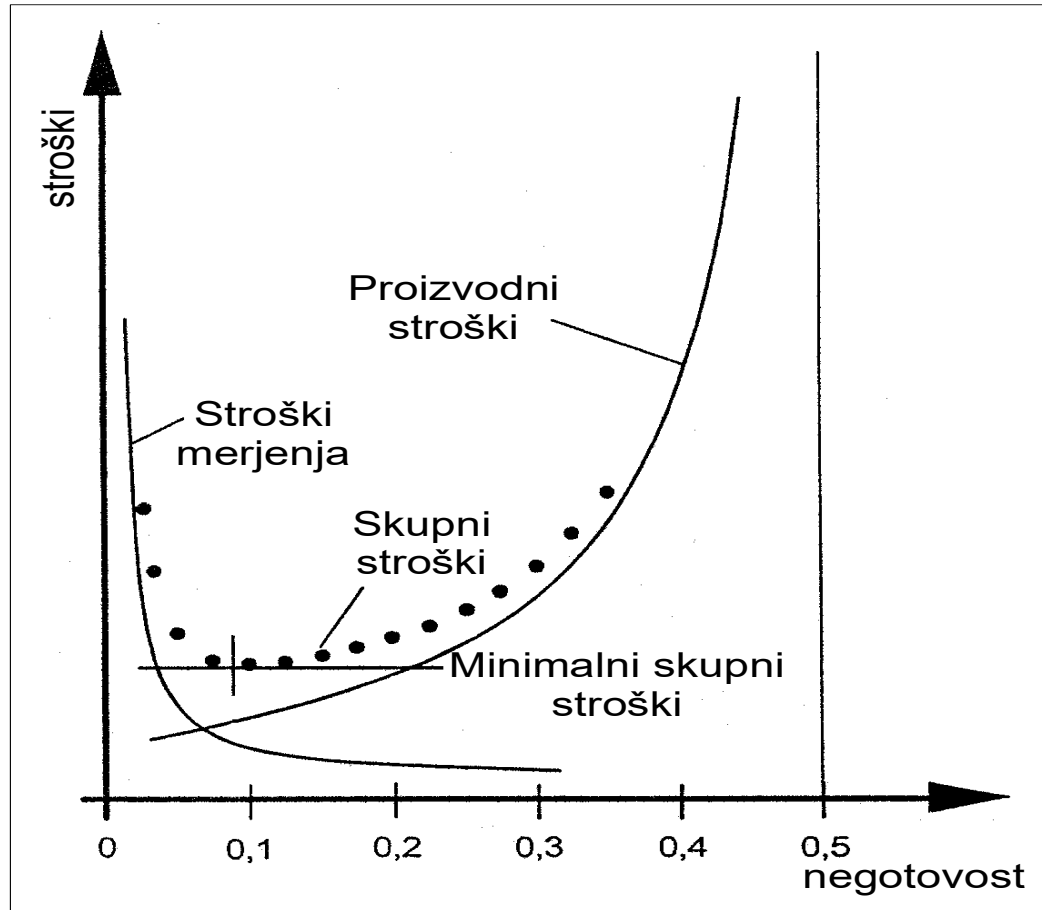
Zakaj ovrednotiti merilno negotovost: medlaboratorijske primerjave



Zakaj ovrednotiti merilno negotovost: ugotavljanje skladnosti



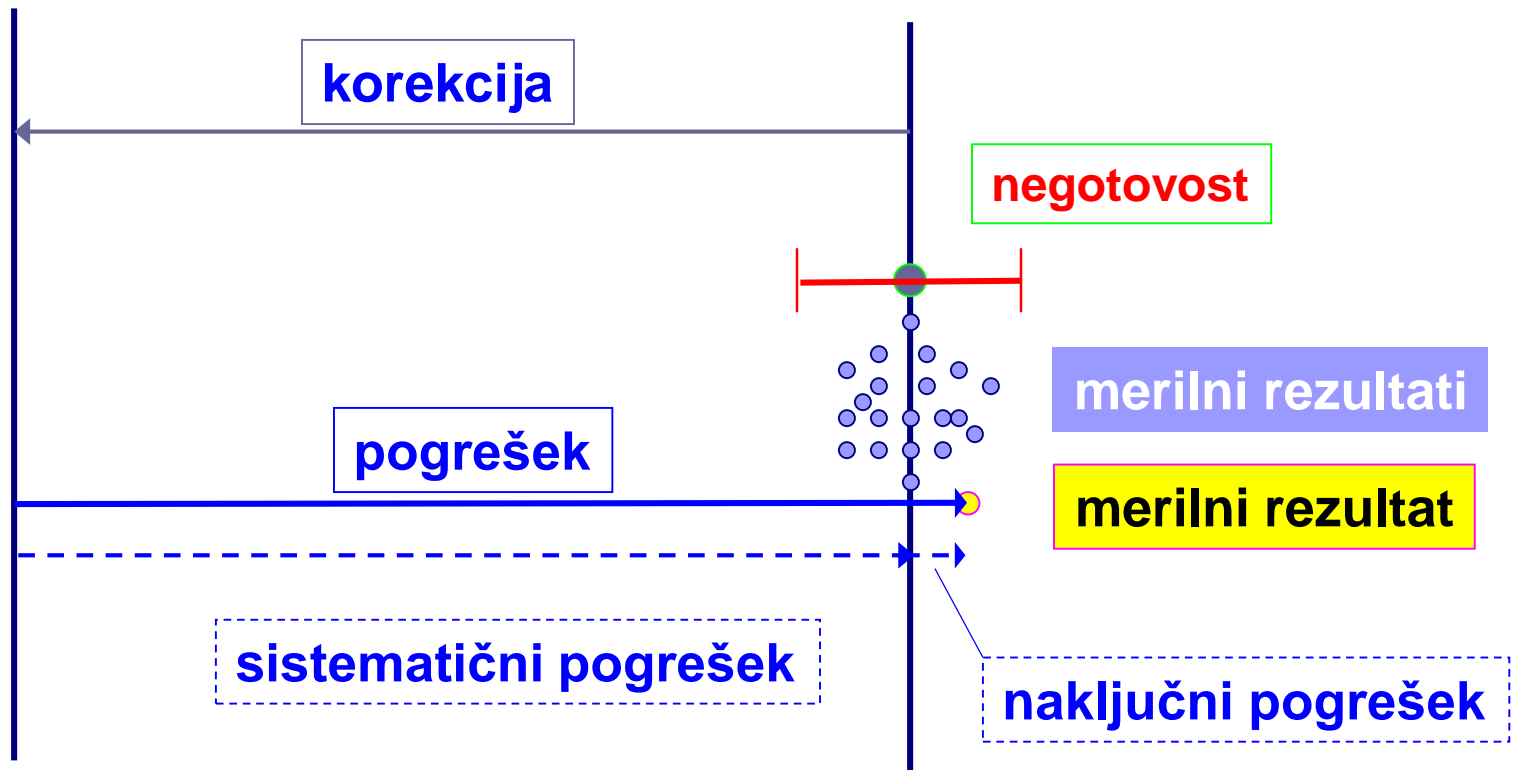
Zakaj ovrednotiti merilno negotovost: proizvodnja



Nekaj osnovnih meroslovnih izrazov

prava vrednost

povprečna vrednost



Točnost in natančnost

Sistematični pogrešek: **točno** / **netočno**

Naključni pogrešek: **natančno** / **nenatančno**



točno / **natančno**



netočno / **natančno**

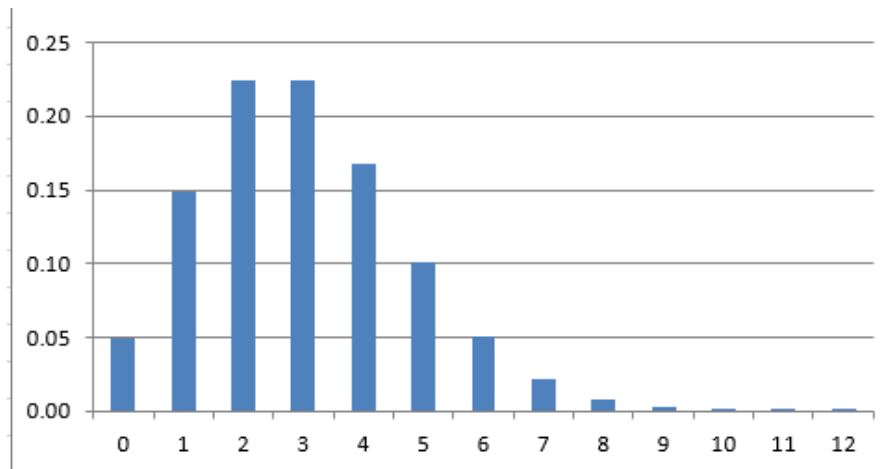


točno / **nenatančno**



netočno / **nenatančno**

Statistične porazdelitve

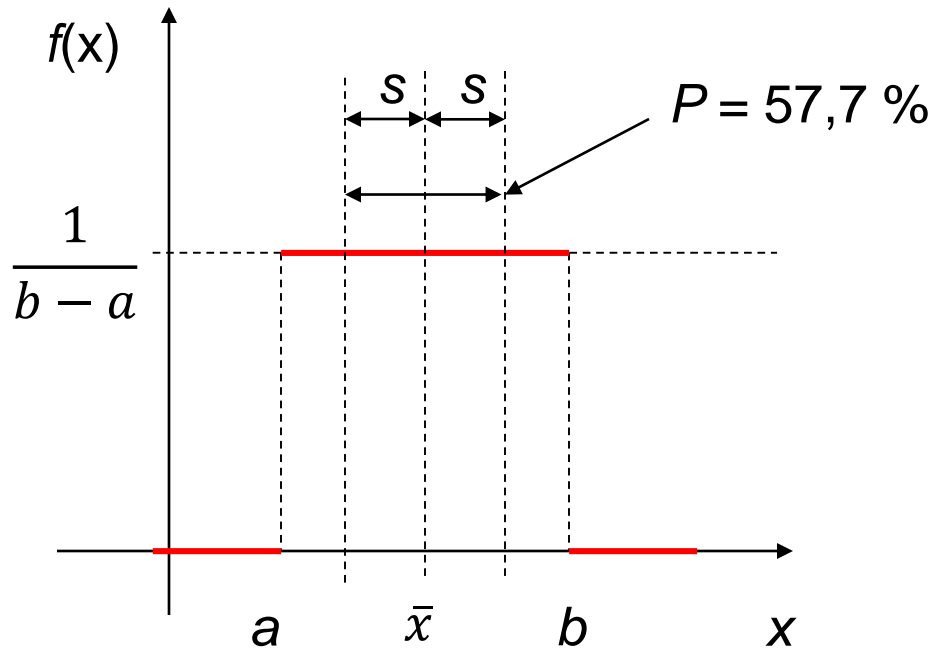


funkcija gostote verjetnosti $f(x)$

■ Lastnosti $f(x) \geq 0$, $\int_{-\infty}^{\infty} f(x)dx = 1$

■ Verjetnost P $P(a \leq X \leq b) = \int_a^b f(x)dx$

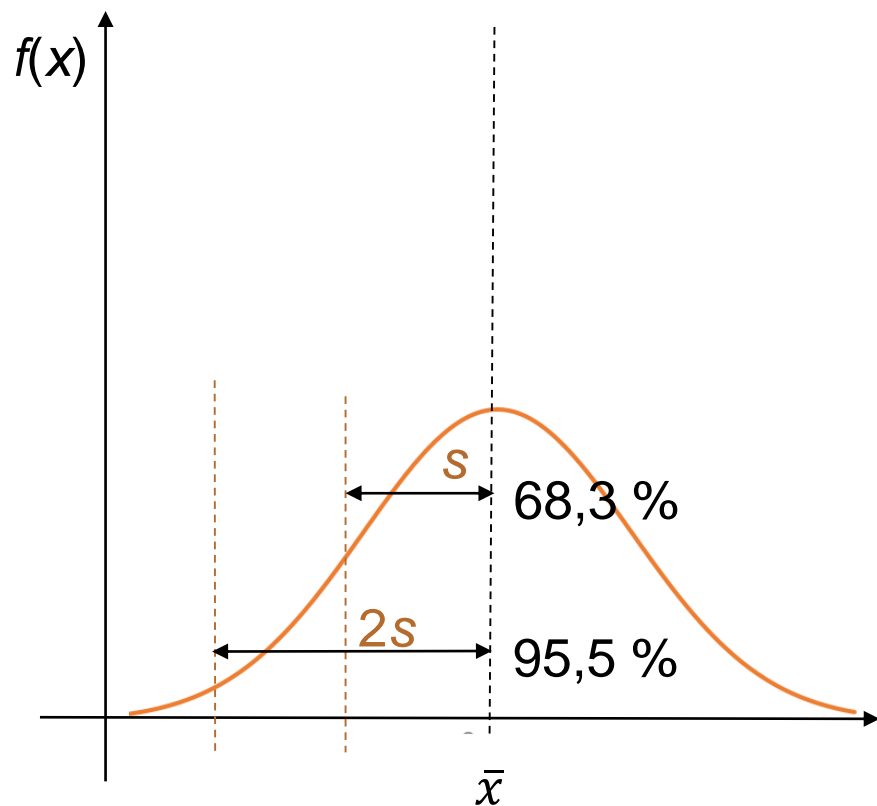
Pravokotna porazdelitev



$$\bar{x} = \frac{a + b}{2}$$

$$s = \frac{b - a}{2\sqrt{3}}$$

Normalna (standardna, Gaussova) porazdelitev



$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$$

$$s = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$$

Model merilnega procesa

- Vrednost in negotovost merjene veličine ocenimo s pomočjo:
 - matematičnega/fizikalnega modela meritve in
 - zakona o širjenju pogreškov.

- Navadno je merjenec (y) odvisen od več vhodnih veličin (x_i):

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_N)$$

Ovrednotenje merilne negotovosti - koraki

- Model merilnega procesa = matematično zapiši zvezo med merjencem (y) in vhodnimi veličinami (x_i).
- Določi vrednosti x_i (z meritvami ali na druge načine).
- Oceni standardne negotovosti $u(x_i)$.
- Izračunaj y .
- Določi kombinirano standardno negotovost $u_c(y)$.
- Določi razširjeno merilno negotovost U .
- Podaj merilni rezultat.

Tabela prispevkov negotovosti

veličina	ocena	standardna negotovost	porazdelitev verjetnosti	koeficient občutljivosti	prispevek negotovosti
X_i	x_i	$u(x_i)$		c_i	$u_i(y)$
X_1	x_1	$u(x_1)$...	c_1	$u_1(y)$
X_2	x_2	$u(x_2)$...	c_2	$u_2(y)$
...
X_N	x_N	$u(x_N)$...	c_N	$u_N(y)$
Y	y				$u_c(y)$

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_N)$$

Primer - kalibracija prostornine bučke

Naloga:

Določi dejansko prostornino V merilne bučke z nazivno prostorno 500 mL pri temperaturi 20 °C.

Model merilnega procesa:

prostornina = masa / gostota

Merilna metoda:

gravimetrična kalibracija

Postopek:

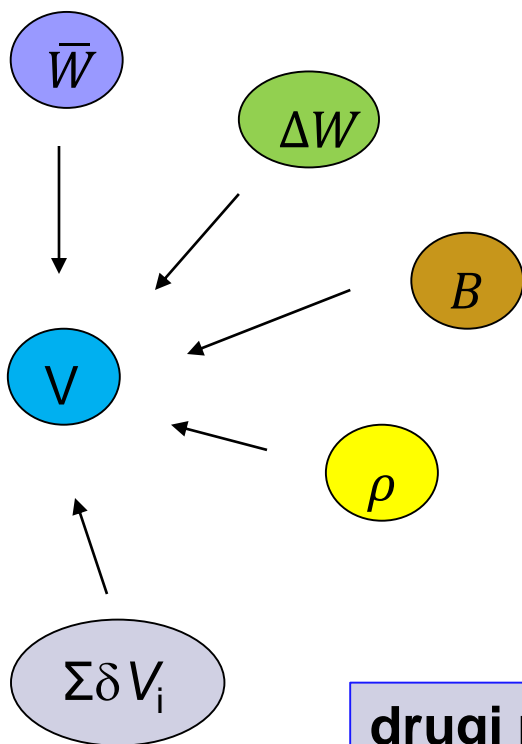
Stehtamo maso prazne bučke in nato maso bučke napolnjene z destilirano vodo. Določimo temperaturo vode.



Primer - kalibracija prostornine bučke

rezultat tehtanja vode v bučki \bar{W}

$$V = \frac{m}{\rho} = \frac{\bar{W} - \Delta W + B}{\rho} + \sum \delta V_i$$



pogrešek tehtnice ΔW :

negotovost kalibracije, negotovost v uporabi
(ponovljivost, razdelek, lezenje)

korekcija vzgona B :

gostota zraka (formula, temperatura, tlak ...)

gostota vode ρ :

temperatura vode, kakovost vode, formula za gostoto
vode

drugi prispevki δV_i :

meniskus, temperaturni raztezek, zračni mehurčki,
kapljice na vratu, izhlapevanje

Standardna negotovost vhodnih veličin $u(x_i)$

- “*Merilna negotovost izražena kot standardni odmik.*”
[VIM, GUM]
- Vsi prispevki negotovosti morajo biti izraženi z enako stopnjo zaupanja.

Viri negotovosti vhodnih veličin

- Nepopoln model meritve
- Nepopolna realizacija definicije merjene veličine
- Kalibracija etalonov in merilne opreme
- Sprememba lastnosti etalonov in merilne opreme (lezenje, vpliv temperature, obraba)
- Negotovost odčitavanja (analogno, digitalno)
- Merjenec (raztros merilnih rezultatov, nestabilnost ...)
- Merilec (odčitavanje, rokovanje)

Ocena standardne negotovost tipa A

- “Metoda ovrednotenja negotovosti s statistično analizo vrste opazovanj.” [VIM, GUM]
- Pri predpostavki nekoreliranosti se uporabi eksperimentalni standardni odmik povprečja:

$$u_A = s(\bar{x}) = \frac{s}{\sqrt{n}}$$

Ocena standardne negotovosti tipa B

- *Metoda ovrednotenja negotovosti z uporabo metod, ki niso statistična analiza vrste opazovanj. [VIM, GUM]*
- Viri informacij:
 - kalibracijski certifikati,
 - ločljivost odčitavanja,
 - predhodno izmerjeni/poznani podatki,
 - podatki proizvajalca opreme,
 - negotovosti vrednosti, ki jih podajajo priročniki.

Kalibracija bučke – tabela prispevkov negotovosti

$$V = \frac{\bar{W} - \Delta W + B}{\rho} + \delta V_m$$

veličina X_i	ocena x_i	standardna negotovost $u(x_i)$	porazdelitev verjetnosti	koeficient občutljivosti c_i	prispevek negotovosti $u_i(y)$
\bar{W}	x_1	$u(\bar{W})$?	c_1	$u_1(y)$
ΔW	x_2	$u(\Delta W)$?	c_2	$u_2(y)$
B	x_3	$u(B)$?	c_3	$u_3(y)$
ρ	x_4	$u(\rho)$?	c_4	$u_4(y)$
δV_m	x_5	$u(\delta V_m)$?	c_5	$u_5(y)$
V	y				$u_c(y)$

Kalibracija bučke – meritve, vhodni podatki

rezultat tehtanja	\bar{W}	498,415 g		s	0,056 g
pogrešek tehtnice	ΔW	0,03 g		s, d, U(E)	0,006 g, 0,01 g, 0,017 g
korekcija vzgona	$B = \rho_z \cdot V_N$	1,16 kg/m ³ * 0,5 L 0,58 g		B_{\min} B_{\max}	1,12 kg/m ³ – 1,18 kg/m ³ 0,56 g 0,60 g
gostota vode	ρ	$t = 21 \text{ }^\circ\text{C}$ 998,0 g/L		ρ_{\min} ρ_{\max}	20 °C - 22 °C 998,2 g/L 997,8 g/L
odčitavanje meniskusa	δV_m	0 L		h d $V_m = \frac{\pi d^2}{4} h$	1 mm 20 mm 0,00031 L

Rezultati kalibracije tehtnice

Št. certifikata: 6402-29/21-21
Certificate No.:

Merilni rezultati in merilna negotovost

Measurement results and uncertainty of measurement

Ponovljivost
Repeatability

Breme g

Load

Število ponovitev

No. of repetitions

Standardni odmik g

Standard deviation

Kotnost
Eccentricity

Breme g

Load

Največja razlika g

Max difference

Pogreški kazanja

Errors of indication

m_{ref}	T	I	E	k	U
g	g	g	g		g
100,00	0,00	100,01	0,01	2,28	0,017
500,00	0,00	500,03	0,03	2,28	0,017
1000,00	0,00	1000,05	0,05	2,28	0,018
1500,00	0,00	1500,07	0,07	2,28	0,020
2000,00	0,00	2000,08	0,08	2,13	0,020
2150,00	0,00	2150,10	0,10	2,13	0,021

m_{ref} – referenčno breme / reference load

T – tara / tare load

I – kazanje / indication

E – pogrešek kazanja / error of indication

k – faktor pokritja / coverage factor

U – razširjena merilna negotovost / expanded measurement uncertainty

Pogrešek kazanja je razlika med kazanjem tehtnice in maso referenčnega bremena: $E = I - m_{ref}$

The error of indication is the difference between the indication of the instrument and the reference mass:

Gostota vode v odvisnosti od temperature

	<i>0.0</i>	<i>0.1</i>	<i>0.2</i>	<i>0.3</i>	<i>0.4</i>	<i>0.5</i>	<i>0.6</i>	<i>0.7</i>	<i>0.8</i>	<i>0.9</i>
15	0.999099	0.999084	0.999069	0.999054	0.999038	0.999023	0.999007	0.998991	0.998975	0.998959
16	0.998943	0.998926	0.998910	0.998893	0.998877	0.998860	0.998843	0.998826	0.998809	0.998792
17	0.998774	0.998757	0.998739	0.998722	0.998704	0.998686	0.998668	0.998650	0.998632	0.998613
18	0.998595	0.998576	0.998558	0.998539	0.998520	0.998501	0.998482	0.998463	0.998444	0.998424
19	0.998405	0.998385	0.998365	0.998345	0.998325	0.998305	0.998285	0.998265	0.998244	0.998224
20	0.998203	0.998183	0.998162	0.998141	0.998120	0.998099	0.998078	0.998056	0.998035	0.998013
21	0.997992	0.997970	0.997948	0.997926	0.997904	0.997882	0.997860	0.997837	0.997815	0.997792
22	0.997770	0.997747	0.997724	0.997701	0.997678	0.997655	0.997632	0.997608	0.997585	0.997561
23	0.997538	0.997514	0.997490	0.997466	0.997442	0.997418	0.997394	0.997369	0.997345	0.997320
24	0.997296	0.997271	0.997246	0.997221	0.997196	0.997171	0.997146	0.997120	0.997095	0.997069
25	0.997044	0.997018	0.996992	0.996967	0.996941	0.996914	0.996888	0.996862	0.996836	0.996809
26	0.996783	0.996756	0.996729	0.996703	0.996676	0.996649	0.996621	0.996594	0.996567	0.996540
27	0.996512	0.996485	0.996457	0.996429	0.996401	0.996373	0.996345	0.996317	0.996289	0.996261
28	0.996232	0.996204	0.996175	0.996147	0.996118	0.996089	0.996060	0.996031	0.996002	0.995973
29	0.995944	0.995914	0.995885	0.995855	0.995826	0.995796	0.995766	0.995736	0.995706	0.995676
30	0.995646	0.995616	0.995586	0.995555	0.995525	0.995494	0.995464	0.995433	0.995402	0.995371

Vir: Handbook of Chemistry and Physics, 53rd Edition, p. F4)

http://jupiter.plymouth.edu/~jsduncan/courses/2012_Spring/Techniques/Exams/DensityOfWater-vs-Temp.pdf

Kalibracija bučke – standardne negotovosti

rezultat tehtanja $u(\bar{W})$

$$u(\bar{W}) = \frac{s}{\sqrt{n}} = \frac{0,056 \text{ g}}{\sqrt{10}} = 0,018 \text{ g}$$

pogrešek tehtnice $u(\Delta W)$

$$u(\Delta W) = \sqrt{u^2(E) + s^2 + u^2(d)} = 0,011 \text{ g}$$

korekcija vzgona $u(B)$

$$u(B) = \frac{B_{max} - B_{min}}{2\sqrt{3}} = \frac{0,04 \text{ g}}{2\sqrt{3}} = 0,012 \text{ g}$$

gostota vode $u(\rho)$

$$u(\rho) = \frac{\rho_{max} - \rho_{min}}{2\sqrt{3}} = \frac{0,4 \text{ g/L}}{2\sqrt{3}} = 0,12 \text{ g/L}$$

odčitavanje meniskusa $u(\delta V_m)$

$$u(\delta V_m) = \frac{V_m}{2\sqrt{3}} = \frac{0,00031 \text{ L}}{2\sqrt{3}} = 0,000091 \text{ L}$$

Kalibracija bučke - tabela prispevkov negotovosti

veličina X_i	ocena x_i	standardna negotovost $u(x_i)$	porazdelitev verjetnosti	c_i	$u_i(y)$
\bar{W}	498,415 g	0,018 g	normalna	c_1	$u_1(y)$
ΔW	0,03 g	0,011 g	normalna	c_2	$u_2(y)$
B	0,58 g	0,012 g	pravokotna	c_3	$u_3(y)$
ρ	998,2 g/L	0,12 g/L	pravokotna	c_4	$u_4(y)$
δV_m	0 L	0,000091 L	pravokotna	c_5	$u_5(y)$
V	0,49986 L				$u_c(y)$

Kombinirana standardna negotovost $u_c(y)$

- “Standardna negotovost merilnega rezultata, kadar je leta pridobljen na podlagi vrednosti večjega števila drugih veličin.” [VIM, GUM]
- Določimo jo s kombinacijo standardnih negotovosti ocen vhodnih veličin x_i po **pravilu širjenja naključnih pogreškov**.

$$u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i)}$$

- Enačba velja za nekorelirane vhodne veličine.

Koeficienti občutljivosti c_i

- Parcialne odvode c_i imenujemo koeficienti občutljivosti:

$$c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i}$$

Kalibracija bučke - izračun koeficientov občutljivosti

$$V = \frac{\bar{W} - \Delta W + B}{\rho} + \delta V_m$$

$$c_1 = \frac{\partial V}{\partial \bar{W}} = \frac{1}{\rho} = 0,001 \text{ L/g}$$

$$c_2 = \frac{\partial V}{\partial \Delta W} = -\frac{1}{\rho} = -0,001 \text{ L/g}$$

$$c_3 = \frac{\partial V}{\partial B} = \frac{1}{\rho} = 0,001 \text{ L/g}$$

$$c_4 = \frac{\partial V}{\partial \rho} = -\frac{\bar{W} - \Delta W + B}{\rho^2} \\ = -0,0005 \text{ L}^2/\text{g}$$

$$c_5 = \frac{\partial V}{\partial V_m} = 1$$

Kalibracija bučke - tabela prispevkov negotovosti

X_i	x_i	$u(x_i)$	porazdelitev verjetnosti	c_i	$u_i(y)$
\bar{W}	498,415 g	0,018 g	normalna	0,001 L/g	0,018 mL
ΔW	0,03 g	0,011 g	normalna	-0,001 L/g	0,011 mL
B	0,58 g	0,012 g	pravokotna	0,001 L/g	0,012 mL
ρ	998,2 g/L	0,12 g/L	pravokotna	-0,0005 L ² /g	0,060 mL
δV_m	0 L	0,000091 L	pravokotna	1	0,091 mL
V	0,49986 L				0,112 mL

$$u_c(V) = \sqrt{c_1^2 \cdot u^2(\bar{W}) + c_2^2 \cdot u^2(\Delta W) + c_3^2 \cdot u^2(B) + c_4^2 \cdot u^2(\rho) + c_5^2 \cdot u^2(\delta V_m)}$$

Razširjena merilna negotovost U

- “Veličina, ki določa interval okoli merilnega rezultata, ki pričakovano obsega večji del porazdelitve vrednosti, ki se jih lahko upravičeno pripiše merjencu.” [VIM, GUM]

$$U = k \cdot u_c(y)$$

Faktor pokritja k

- “Numerični faktor, s katerim pomnožimo standardno negotovost, da dobimo razširjeno negotovost.” [VIM, GUM]
- Faktor pokritja mora biti izbran tako, da razširjena negotovost ustreza verjetnosti približno 95 %.

Faktor pokritja k

- Uporaba določene vrednosti faktorja pokritja k rezultira v sledečih stopnjah zaupanja p :

k	1,000	1,645	1,960	2,000	2,576	3,000
p (%)	68,27	90,00	95,00	95,45	99,00	99,73

- Potrebna pogoja:
 - normalna porazdelitev merilnega rezultata
(vsaj 3 enakovredni prispevki k negotovosti)
 - kombinirana standardna negotovost primerno zanesljiva
(prispevki tipa A vsaj na podlagi 10 ponovitev)

Faktor pokritja – posebnost

- normalna porazdelitev merilnega rezultata
- kombinirana standardna negotovost ni primerno zanesljiva
- Število prostostnih stopenj ν_{eff} se določi s pomočjo formule:

$$\nu_{eff} = \frac{u(y)^4}{\sum_i \frac{u_i^4}{\nu_i}}$$

ν_{eff}	1	2	3	4	5	6	7	8	10	20	50	∞
k	13,97	4,53	3,31	2,87	2,65	2,52	2,43	2,37	2,38	2,13	2,05	2,00

Kalibracija bučke – razširjena merilna negotovosti

- vsaj 3 enakovredni prispevki k negotovosti: **da**
- prispevek tipa A vsaj na podlagi 10 ponovitev: **da**
- faktor pokritja: **2**

$$V = 0,49986 \text{ L} \pm 0,00022 \text{ L}$$

Podajanje merilnega rezultata

$$V = \overset{1}{(} \underbrace{1000,24}_{2} \pm \underbrace{0,53}_{3} \overset{4}{)} \text{ L}$$

merilni rezultat = številna vrednost \pm negotovost

95 % raven zaupanja

1. simbol veličine

2. številna vrednost merjene veličine

3. negotovost

4. enota

Zaokroževanje

- Zaokrožuje se na koncu računanja (vmesne rezultate se ne zaokroži).
- Zaokroževanje (splošno):
 - če je zadnja cifra med 0 in 4: **navzdol**,
 - če je zadnja cifra med 5 in 9: **navzgor**.

Zaokroževanje: pomembne cifre

- Pri zapisu negotovosti upoštevamo največ **dve pomembni cifri**:

$$U = 0,0\underline{25}85 \text{ kg} \Rightarrow U = 0,026 \text{ kg}$$

$$U = \underline{24}75 \text{ A} \Rightarrow U = 2500 \text{ A} = 2,5 \text{ kA}$$

- Rezultat zaokrožimo šele, ko smo zaokrožili negotovost.
- Rezultat zaokrožimo na decimalnem mestu, ki ga določa zaokrožena negotovost.

$$L = 10,2 \text{ cm} \pm 1,1 \text{ cm}$$

Nasveti glede merilne negotovosti

- Uporabi primeren model sistema.
- Prepoznavaj vire negotovosti.
- Ovrednoti prispevke negotovosti, zmanjšaj največje.
- Negotovost narašča z vsakim korakom v kalibracijski verigi.
- Kalibriraj inštrumente in uporabi korekcije.
- Preveri rezultat s ponovitvijo meritev.

Ključne reference

- JCGM 100:2008 Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM)
- EA-4/02 Evaluation of the Uncertainty of Measurement in calibration
- JCGM 200:2012 International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM)
 - <http://www.bipm.org/en/publications/>
 - <http://www.european-accreditation.org/publications>