



DAR-4-EM-07

EA-Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim quantitativen Prüfen

EA-Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim quantitativen Prüfen

ZWECK

Der Zweck dieses Dokuments ist es, die Ermittlung der Unsicherheiten von Mess- und Prüfergebnissen innerhalb von EA zu harmonisieren. Um dies zu erreichen, werden Empfehlungen und Ratschläge für die Ermittlung dieser Unsicherheiten gegeben.

Vorwort zur deutschen Fassung

Bei der Erarbeitung der deutschen Fassung wurde ein Kompromiss zwischen wörtlicher Übersetzung und angemessener Übertragung angestrebt. Um Fehlinterpretationen weitestgehend zu vermeiden, wird bei Bedarf die wörtliche Übersetzung in Klammern beigelegt; maßgeblich ist immer die englische Fassung.

Begriffe, die in der deutschen Fassung des *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement* (Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen) [1] (GUM) verwendet wurden, werden beibehalten.

Im Englischen heißt es *uncertainty associated with the value of a quantity*, dafür schreiben wir *die dem Wert einer Messgröße zugeordnete Unsicherheit*; man findet in der Literatur manchmal auch das Wort *beigeordnet*.

Ein grundlegendes Konzept des GUM ist es, die prinzipiell unvollständigen Kenntnisse über den Wert der Messgröße durch eine Wahrscheinlichkeitsverteilung für die Messgröße auszudrücken, die das Maß des Vertrauens in aufgrund dieser Kenntnisse für möglich gehaltene Werte quantifiziert. Im Englischen wird meist der Begriff *probability density function* (PDF), wörtlich *Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion*, verwendet, der so im Deutschen nicht üblich ist. Die Wahrscheinlichkeitsdichte ist die Ableitung der Wahrscheinlichkeitsverteilung (englisch: *cumulative distribution function*) nach den verteilten Werten.

Anmerkungen zu Änderungen bzw. Erläuterungen zum Originaltext sind stellenweise als Fußnoten eingefügt worden. Sie dienen der Richtigstellung bzw. Verdeutlichung des Inhalts des englischen Originals.

In Abschnitt 10 *Verweise* wird zusätzlich auf entsprechende deutschsprachige Quellen verwiesen.

Autoren

Die EA *Expert Group on Uncertainty of Measurement* hat dieses Dokument im Auftrag des EA *Laboratory Committee* erarbeitet.

Offizielle Sprache

Der Text kann, falls erforderlich, in andere Sprachen übersetzt werden. Die englische Version bleibt die maßgebliche Fassung.

Urheberrecht

Das Urheberrecht dieses Textes liegt bei EA. Der Text darf zum Zwecke des Weiterverkaufs nicht kopiert werden.

Weitere Informationen

Wenn Sie weitere Informationen zu dieser Veröffentlichung erhalten möchten, so wenden Sie sich an Ihr nationales EA-Mitglied Bitte besuchen Sie für aktuelle Informationen unsere Webseite unter <http://www.european-accreditation.org>

Datum der Bestätigung: November 2003

Datum der Umsetzung: November 2004

Übergangszeit:-----

Inhalt

| | | |
|-----|--|----|
| 1 | EINLEITUNG..... | 6 |
| 2 | ANWENDUNGSBEREICH..... | 7 |
| 3 | GRUNDSATZERKLÄRUNG | 7 |
| 4 | KURZE ZUSAMMENFASSUNG DES GUM (<i>Guide to the expression of Uncertainty in Measurement</i>) | 87 |
| 5 | ANLEITUNG ZUR MESSUNG UND QUANTITATIVEN PRÜFUNG | 10 |
| 5.1 | Anforderungen | 10 |
| 5.2 | Besondere Schwierigkeiten bei der Unsicherheitsermittlung im Prüfwesen | 11 |
| 6 | EINSATZ VON VALIDIERUNGS- UND VERFAHRENSKENNGRÖSSEN FÜR DIE UNSICHERHEITSERMITTLUNG | 13 |
| 6.1 | Quellen der Verfahrens- und Validierungskenngrößen | 13 |
| 6.2 | Daten, die während der Validierung und Verifizierung einer Prüfmethode vor ihrer Anwendung in der Prüfumgebung erfasst wurden | 13 |
| 6.3 | Ringversuchsstudie zur Leistungsfähigkeit von Prüfmethoden nach ISO 5725 oder ähnlicher normativer Dokumente..... | 15 |
| 6.4 | Qualitätskontrolldaten für Prüf- oder Messprozesse..... | 16 |
| 6.5 | Daten aus Eignungsprüfungen | 17 |
| 6.6 | Signifikanz von Unsicherheitsbeiträgen | 18 |
| 6.7 | Nutzung von Daten aus früheren Studien..... | 18 |
| 7 | ANGABE DER ERGEBNISSE AUS EINER QUANTITATIVEN PRÜFUNG..... | 19 |
| 8 | SCHRITTWEISE UMSETZUNG DES UNSICHERHEITSKONZEPTS | 21 |
| 9 | VORTEILE DER UNSICHERHEITSERMITTLUNG FÜR PRÜFLABORATORIEN | 22 |
| 10 | VERWEISE | 23 |
| 11 | LITERATURVERZEICHNIS | 24 |
| 12 | ANLAGE..... | 24 |
| | Anhang: Alphabetische Dokumentenliste | 25 |

1 EINLEITUNG

Der GUM / *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement* (Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen) [1] ist von EA als Hauptdokument für die Messunsicherheit anerkannt. Deshalb wird für spezielle Anleitungen oder Empfehlungen zur Ermittlung der Messunsicherheit in Anwendungsbereichen, die mit EA-Tätigkeiten verbunden sind, generell die Übereinstimmung mit dem GUM gefordert.

Im Allgemeinen ist der GUM auch im Prüfwesen anwendbar, obwohl es dort entscheidende Unterschiede zwischen Mess- und Prüfverfahren gibt. Die tatsächliche Beschaffenheit einiger Prüfverfahren kann eine strikte Anwendung des GUM erschweren. Abschnitt 6 gibt Anleitung, wie in solchen Fällen zu verfahren ist.

Wo immer möglich, sind akkreditierte Prüflaboratorien aufgefordert, die den quantitativen Ergebnissen zugeordneten Unsicherheiten in Übereinstimmung mit dem GUM anzugeben. Eine grundlegende Forderung des GUM ist die Nutzung eines Modells zur Ermittlung der Unsicherheit. Das Modell sollte alle Größen einbeziehen, die maßgeblich zu der dem Prüfergebnis zuordnenden Unsicherheit beitragen können. Es gibt jedoch Umstände, wo der erforderliche Aufwand zur Entwicklung eines ausführlichen Modells nicht notwendig ist. In einem solchen Fall sollten andersartige Anleitungen herangezogen werden und andere Methoden angewandt werden, z.B. solche, die auf Validierungs- und Verfahrenskenngrößen beruhen.

Um sicherzustellen, dass die Auftraggeber aus den Dienstleistungen der Laboratorien vollen Nutzen ziehen, haben akkreditierte Prüflaboratorien entsprechende Grundsätze für ihre Zusammenarbeit mit den Auftraggebern erarbeitet. Auftraggeber können zu Recht erwarten, dass die Prüfberichte sachlich korrekt, brauchbar und umfassend sind. Abhängig von der Situation sind Auftraggeber auch an Qualitätsmerkmalen interessiert, insbesondere

- an der Vertrauenswürdigkeit der Ergebnisse und einer quantitativen Aussage zu dieser Vertrauenswürdigkeit, d.h. Unsicherheit
- am Vertrauensniveau einer Konformitätsaussage über das Produkt, das aus dem Prüfergebnis und der zugeordneten erweiterten Unsicherheit abgeleitet werden kann.

Weitere Qualitätsmerkmale, wie z.B. Wiederholpräzision, Präzision unter Zwischenbedingungen, Vergleichpräzision, Richtigkeit, Robustheit und Selektivität sind ebenfalls wichtig für die Charakterisierung der Qualität einer Prüfmethode.

Dieses Dokument befasst sich nicht mit der Verwendung der Unsicherheit in der Konformitätsbewertung. Im Allgemeinen spiegelt die Qualität eines Prüfergebnisses nicht die beste erzielbare oder die kleinste Unsicherheit wider. Abschnitt 2 legt den Anwendungsbereich dieses Leitfadens fest und Abschnitt 3 eine gemeinsam von EUROLAB, EURACHEM und EA verfasste Grundsatzerklärung. Die Abschnitte 4, 5 und 6 sind Anleitungen. Abschnitt 4 bietet eine kurze Zusammenfassung des GUM. Abschnitt 5 fasst die bestehenden Anforderungen gemäß ISO/IEC 17025 [7] zusammen sowie die Strategie zur Einführung der Unsicherheitsermittlung. Dieser Abschnitt behandelt ebenfalls einige Schwierigkeiten, die mit der Ermittlung der Unsicherheit im Prüfwesen verbunden sind. Abschnitt 6 erläutert die Nutzung der Validierungs- und Verfahrenskenngrößen für die Ermittlung der Unsicherheit im Prüfwesen. EA-Anforderungen zur Angabe von Ergebnissen einer Messung sind in Abschnitt 7 angeführt. Anleitung zur schrittweisen Einführung der Unsicherheit im Prüfwesen ist in Abschnitt 8 bereitgestellt. In Abschnitt 9 wird der Nutzen der ausführlichen Darstellung der den beim quantitativen Prüfen erhaltenen Werten zugeordneten Unsicherheit aufgezeigt.

2 ANWENDUNGSBEREICH

Ziel dieses Dokuments ist es, Anleitung für die Ermittlung¹ der Unsicherheit in der quantitativen Prüfung zu geben. Eine Prüfung, welche die Bestimmung eines Zahlenwerts einer Messgröße oder eines Merkmals einbezieht, wird quantitative Prüfung genannt. Zur Ermittlung der Unsicherheit beim Kalibrieren sollte EA-4/02 [11] zu Rate gezogen werden.

3 GRUNDSATZERKLÄRUNG

Auszug aus ILAC-G17:2002 "Vorstellung eines Konzepts zur Messunsicherheit im Prüfwesen in Verbindung mit der Anwendung von ISO/IEC 17025" [15]:

1. *Die Angabe der Messunsicherheit sollte ausreichende Informationen zu Vergleichszwecken enthalten;*
2. *GUM [The Guide to Expression of Uncertainty in Measurement] und ISO/IEC 17025 bilden die grundlegenden Dokumente, es kann jedoch sektorspezifische Interpretation erforderlich sein;*
3. *Derzeit wird nur die Messunsicherheit in der quantitativen Prüfung betrachtet. Eine Strategie zur Handhabung der Ergebnisse aus der qualitativen Prüfung muss erst noch durch die wissenschaftliche Fachwelt erarbeitet werden;*
4. *Die grundlegende Forderung sollte entweder eine Schätzung der Gesamtunsicherheit sein oder das Feststellen der wesentlichen Komponenten einschließlich des Versuchs, deren Größe sowie die Größe der kombinierten Unsicherheit zu schätzen;*
5. *Grundlage für die Schätzung der Messunsicherheit ist es, vorhandene empirische Daten zu nutzen (Qualitätskontrollkarten, Validierung, Ringversuche, Eignungsprüfungen, zertifizierte Referenzmaterialien, Handbücher usw.);*
6. *Bei Verwendung einer standardisierten Prüfmethode sind drei Fälle zu unterscheiden:*
 - *Bei der Verwendung einer standardisierten Prüfmethode, die eine Anleitung zur Unsicherheitsbestimmung enthält, wird nichts weiter von den Prüflaboratorien erwartet, als das Verfahren zur Ermittlung der Unsicherheit - wie in der Norm beschrieben - zu befolgen.²*
 - *Wenn eine Norm eine für Prüfergebnisse typische Messunsicherheit angibt, ist es den Laboratorien gestattet, diese Zahl zu zitieren, wenn sie vollständige Übereinstimmung mit der Prüfmethode nachweisen können.*
 - *Wenn eine Norm die Messunsicherheit in den Prüfergebnissen ohne Bedingungen ausweist, so sind keine weiteren Aktivitäten erforderlich.²*

Es sollte von Prüflaboratorien nicht erwartet werden mehr zu tun, als die in der Norm angegebene und auf die Unsicherheit bezogene Information zur Kenntnis zu nehmen und anzuwenden, d.h. die maßgebliche Zahl zu zitieren oder das maßgebliche Verfahren zur Schätzung der Unsicherheit durchzuführen. Normen, die Prüfmethoden angeben, sollten bezüglich der Schätzung und Angabe der Unsicherheit von Prüfergebnissen überprüft und von der Normungsorganisation entsprechend überarbeitet werden.

7. *Die erforderliche Gründlichkeit bei Unsicherheitsschätzungen kann in den einzelnen technischen Bereichen unterschiedlich sein. Faktoren, die berücksichtigt werden müssen, beinhalten:*

¹ Im Originaltext wurde der Begriff *evaluation* der Verwendung des Begriffes *estimation* vorgezogen. Der Erstgenannte ist allgemeinerer Natur und auf verschiedene Unsicherheitsermittlungsverfahren anwendbar. Der Begriff wurde auch in Übereinstimmung mit dem im GUM verwendeten Vokabular gewählt.

² Die Laboratorien müssen nachweisen, dass sie sich in vollem Umfang an die Prüfmethoden halten.

- *gesunden Menschenverstand;*
 - *den Einfluss der Messunsicherheit auf das Ergebnis (Angemessenheit der Bestimmung);*
 - *die Angemessenheit;*
 - *die Klassifizierung des Maßes der Strenge bei der Bestimmung der Messunsicherheit.*
8. *In bestimmten Fällen kann es ausreichend sein nur die erweiterte Vergleichpräzision anzugeben;*
9. *Wenn die Schätzung der Messunsicherheit eingeschränkt ist, sollte bei jeder Angabe dieser Unsicherheit darauf hingewiesen werden;*
10. *Wenn verwendbare Leitfäden existieren, sollten keine neuen entwickelt werden.*

4 KURZE ZUSAMMENFASSUNG DES GUM

Der GUM basiert auf einer soliden Theorie, bietet eine konsistente und übertragbare Ermittlung der Messunsicherheit und unterstützt die metrologische Rückführung. Die folgenden Abschnitte geben eine kurze Interpretation der ihm zugrunde liegenden wesentlichen Ideen und Konzepte wieder.

Im GUM können drei Ebenen identifiziert werden. Diese sind: Grundkonzeptionen, Empfehlungen und Ermittlungsverfahren. Die Konsistenz verlangt, die Grundkonzeptionen zu übernehmen und den Empfehlungen zu folgen. Das grundlegende im GUM dargestellte Ermittlungsverfahren, das Unsicherheitsfortpflanzungsgesetz, ist für lineare oder linearisierte Modelle anwendbar (siehe unten). Es sollte, wenn immer zutreffend, angewandt werden, da es unkompliziert und einfach umzusetzen ist. Jedoch können für einige Fälle fortgeschrittene Methoden erforderlich sein, wie die Entwicklung des Modells in höherer Ordnung oder die Fortpflanzung der Wahrscheinlichkeitsverteilungen.

Die Grundkonzeptionen in der Unsicherheitsermittlung sind folgende:

- die Kenntnisse über jede Größe, die den Messwert beeinflusst, sind prinzipiell unvollständig und können durch eine Wahrscheinlichkeitsverteilung der Werte ausgedrückt werden, die - basierend auf diesen Kenntnissen - der Größe zugeordnet werden können
- der Erwartungswert dieser Wahrscheinlichkeitsverteilung wird als der beste Schätzwert der Größe angenommen
- die Standardabweichung dieser Wahrscheinlichkeitsverteilung wird als die diesem Schätzwert zugeordnete Standardunsicherheit betrachtet
- die Wahrscheinlichkeitsverteilung basiert auf Kenntnissen über eine Größe, die erschlossen werden können aus
 - Wiederholungsmessungen - Typ A Ermittlung
 - wissenschaftlicher Beurteilung basierend auf allen verfügbaren Informationen zur möglichen Variabilität der Größe - Typ B Ermittlung.

Dieses Dokument interpretiert den GUM als basierend auf:

- einem Modell, das formuliert wurde, um die wechselseitige Beziehung der Eingangsgrößen, die die Messgröße beeinflussen, zu berücksichtigen
- im Modell enthaltene Korrekturen zur Berücksichtigung systematischer Effekte; solche Korrekturen sind wesentlich, um die Rückführbarkeit auf die angegebenen Referenzen (z.B. zertifizierte Referenzmaterialien, Referenzverfahren, SI-Einheiten) zu erreichen

- der Angabe des Messergebnisses, die einen Wert festlegt und eine quantitative Angabe zur Qualität dieses Ergebnisses macht
- wenn gefordert, der Festlegung eines Intervalls um das Messergebnis, bei dem zu erwarten ist, dass es einen großen Anteil der Werte umfasst, die der Messgröße vernünftigerweise zugeordnet werden können. Dieser Bereich, der oft durch eine erweiterte Unsicherheit ausgedrückt wird, ist eine sehr geeignete quantitative Angabe der Qualität des Ergebnisses. Die erweiterte Unsicherheit wird oft als Vielfaches der Standardunsicherheit ausgedrückt. Der Multiplikationsfaktor wird als Erweiterungsfaktor k bezeichnet (siehe Abschnitt 7).

Das Ermittlungsverfahren umfasst vier Teile:

- Herleitung des Messmodells. Da dies im Allgemeinen der schwierigste Teil der Ermittlung ist, wird empfohlen, eine Ursache-Wirkung-Beziehung zu nutzen, die die Eingangsgrößen mit der Messgröße verknüpft.
- Die Festlegung der Wahrscheinlichkeitsverteilungen für die Eingangsgrößen des Modells, aufgrund vorhandener Kenntnisse zu diesen Größen. In vielen Fällen ist es in der Praxis nur erforderlich, den Erwartungswert und die Standardabweichung jeder Wahrscheinlichkeitsverteilung anzugeben, d.h. den besten Schätzwert jeder Größe und die diesem Schätzwert zugeordnete Standardunsicherheit.
- Unsicherheitsfortpflanzung. Das einfache Verfahren (Unsicherheitsfortpflanzungsgesetz) kann für lineare oder linearisierte Modelle angewendet werden; es unterliegt allerdings einigen Einschränkungen. Eine Arbeitsgruppe des Joint Committee for Guides in Metrology (JCGM) erarbeitet derzeit eine Anleitung für eine allgemeinere Methode (die Fortpflanzung der Wahrscheinlichkeitsverteilungen), die das Unsicherheitsfortpflanzungsgesetz als Spezialfall beinhaltet.
- Angabe des vollständigen Ergebnisses einer Messung durch Angabe des besten Schätzwertes der Messgröße, der diesem Schätzwert zugeordneten kombinierten Standardunsicherheit und einer erweiterten Unsicherheit (Abschnitt 7).

Der GUM [1] bietet in Abschnitt 7 unter dem Titel "Protokollieren der Unsicherheit" Anleitung zur Angabe eines vollständigen Messergebnisses. Abschnitt 7 in diesem Dokument folgt den Empfehlungen des GUM und liefert detailliertere Anleitungen. Beachten Sie, dass der GUM entweder die Verwendung der kombinierten Standardunsicherheit $u_c(y)$ oder der erweiterten Unsicherheit $U(y)$ als Maß für die Unsicherheit gestattet, d.h. die halbe Breite eines Intervalls, welches ein bestimmtes Vertrauensniveau aufweist. Jedoch muss bei Verwendung der erweiterten Unsicherheit der Erweiterungsfaktor k angegeben werden, der gleich mit dem Wert $U(y)/u_c(y)$ ist.

Für die Ermittlung der Unsicherheit, die der Messgröße Y zugeordnet wird, muss man nur Folgendes kennen:

- das Modell, $Y=f(X_1, \dots, X_N)$,
- die beste Schätzung x_i aller Eingangsgrößen X_i und
- die Unsicherheiten $u(x_i)$ sowie die Korrelationskoeffizienten $r(x_i, x_j)$, die x_i und x_i und x_j zugeordnet sind.

Der beste Schätzwert x_i ist der Erwartungswert der Wahrscheinlichkeitsverteilung für X_i , $u(x_i)$ ist die Standardabweichung dieser Wahrscheinlichkeitsverteilung und $r(x_i, x_j)$ ist das Verhältnis der Kovarianz zwischen x_i und x_j und dem Produkt der Standardabweichungen.

Um die dem Messergebnis y zugeordnete kombinierte Standardunsicherheit $u_c(y)$ anzugeben, sind keine weiteren Kenntnisse über die Wahrscheinlichkeitsverteilung erforderlich. Um die halbe Breite eines Intervalls mit einem festgelegten Vertrauensniveau anzugeben, d.h. eine erweiterte Unsicherheit, ist es erforderlich die Wahrscheinlichkeitsverteilung zu kennen. Dies erfordert mehr Kenntnisse, da die beiden Parameter - Erwartungswert und Standardabweichung - eine Wahrscheinlichkeitsverteilung nicht vollständig beschreiben, es sei denn, man weiß, dass es eine Gaußsche Verteilung ist.

Abschnitt 7 gibt Anleitung wie man die erweiterte Unsicherheit erhält, wenn eine Normalverteilung (Gaußsche Wahrscheinlichkeitsverteilung) für die Messgröße Y nicht angenommen werden kann.

5 ANLEITUNG ZUR MESSUNG UND QUANTITATIVEN PRÜFUNG

5.1 Anforderungen

Prinzipiell beinhaltet die Norm ISO/IEC 17025 keine neuen Anforderungen bezüglich der Messunsicherheit, sie befasst sich aber damit ausführlicher als die vorhergehende Version dieser Norm:

"5.4.6 Schätzung der Messunsicherheit

5.4.6.1 *Ein Kalibrierlaboratorium oder ein Prüflaboratorium, das interne Kalibrierungen durchführt, muss über ein Verfahren zur Schätzung der Messunsicherheit für alle Kalibrierungen und alle Arten von Kalibrierungen verfügen und dieses anwenden.*

5.4.6.2 *Prüflaboratorien müssen über Verfahren für die Schätzung der Messunsicherheit verfügen und diese anwenden. In bestimmten Fällen kann die Art der Prüfmethode eine strenge metrologisch und statistisch gültige Schätzung der Messunsicherheit ausschließen. Das Laboratorium muss in solchen Fällen mindestens versuchen, alle Komponenten der Messunsicherheit zu ermitteln, und eine vernünftige Schätzung der Messunsicherheit vornehmen und sicherstellen, dass der Prüfbericht keinen falschen Eindruck bezüglich der Unsicherheit erweckt. Eine vernünftige Schätzung muss auf der Kenntnis der Durchführung des Verfahrens und auf der Art der Messung basieren und z.B. von vorhergehender Erfahrung und von Validierungsdaten Gebrauch machen.*

ANMERKUNG 1: *Der Grad der Strenge, die bei der Schätzung der Messunsicherheit erforderlich ist, hängt von Faktoren ab wie z. B.:*

- *den Anforderungen der Prüfmethode;*
- *den Anforderungen des Auftraggebers;*
- *dem Vorhandensein enger Grenzen für die Entscheidung bezüglich der Einhaltung einer Spezifikation.*

ANMERKUNG 2: *In jenen Fällen, wo ein bekanntes Prüfverfahren die Grenzwerte der Hauptquellen der Messunsicherheit und die Form der Darlegung des berechneten Ergebnisses festgelegt hat, wird angenommen, dass das Laboratorium diesen Abschnitt der internationalen Norm durch Befolgen der Festlegungen für die Prüfmethode und die Form des Prüfberichtes erfüllt hat (siehe 5.10).*

5.4.6.3 *Bei der Schätzung der Messunsicherheit müssen alle Unsicherheitskomponenten, die für den betreffenden Fall von Bedeutung sind, in Betracht gezogen werden, wobei dafür geeignete Auswertungsverfahren zu verwenden sind.*

ANMERKUNG 1: *Zu den Quellen, die zur Unsicherheit beitragen, gehören unter anderem die verwendeten Bezugsnormale und das verwendete Referenzmaterial, benutzte Verfahren und Einrichtungen, Umgebungsbedingungen, Eigenschaften und Zustand des zu prüfenden oder zu kalibrierenden Gegenstandes und das Bedienungspersonal.*

ANMERKUNG 2: Das voraussichtliche Langzeitverhalten des zu prüfenden und/oder zu kalibrierenden Gegenstandes wird üblicherweise bei der Schätzung der Messunsicherheit nicht berücksichtigt.

ANMERKUNG 3: Weitere Informationen sind in den Normen der Reihe ISO 5725 und im „Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement“ enthalten (siehe Literaturhinweise).

5.2 Besondere Schwierigkeiten bei der Unsicherheitsermittlung im Prüfwesen

Die Begriffe "Prüfergebnis" und "Messergebnis" entsprechen zwei klar definierten Konzepten. In der Metrologie wird der Begriff "Messgröße" verwendet, wie in VIM [2, Abschnitt 2.6] definiert und im Prüfwesen wird der Begriff "Merkmal" bevorzugt, wie in ISO 3534-2 [6] definiert.

| | |
|--|--|
| <p>Messgröße (VIM 2.6) Spezielle Größe, die Gegenstand einer Messung ist</p> <p>Messbare Größe (VIM 1.1) Eigenschaft eines Phänomens, eines Körpers oder einer Substanz, die qualitativ beschrieben und quantitativ ermittelt werden kann.</p> | <p>Merkmal (ISO 3534) Eine Eigenschaft, die hilft zwischen Gegenständen/ Einheiten einer gegebenen Grundgesamtheit zu unterscheiden (Anm. d. Red.: freie Übersetzung)</p> |
|--|--|

Der Unterschied zwischen der in "Messtätigkeiten" und "Prüftätigkeiten" verwendeten Terminologie wird deutlicher, wenn man die Definitionen der beiden Tätigkeiten vergleicht:

| | |
|--|---|
| <p>Messung (VIM 2.1) Gesamtheit der Tätigkeiten zur Ermittlung eines Größenwertes</p> | <p>Prüfung (ISO/IEC Guide 2 [3]) Technischer Vorgang, der aus dem Ermitteln eines oder mehrerer Merkmale eines Produkts, eines Prozesses oder einer Dienstleistung nach einem festgelegten Verfahren besteht</p> |
|--|---|

Eine Messgröße, wie im VIM definiert, ist demnach ein besonderer Fall eines Merkmals, wie es in ISO 3534 definiert ist, in dem Sinne, dass ein klar definiertes Merkmal als Messgröße betrachtet werden kann. Insbesondere ein quantitatives Merkmal ist nach der VIM-Definition eine 'Größe' und während einer Prüfung wird der Wert dieser Größe durch die Messung bestimmt. Daraus folgt, dass erwartet werden kann, dass die Eigenschaften der Messergebnisse und der quantitativen Prüfergebnisse identisch sind. Weiterhin ist in beiden Fällen eine angemessene Definition der Messgröße oder des Merkmals unerlässlich. Hier bedeutet "angemessen" ausreichend detailliert und auf den Prozess der Messung oder Prüfung und manchmal auch auf eine weitere Nutzung des Ergebnisses bezogen.

Es gibt jedoch bedeutende Unterschiede in der Messpraxis (wie man bei der Kalibrierung und Prüfung sehen kann). Dies beeinflusst die Praxis der Unsicherheitsermittlung:

Ein *Messprozess* führt typischerweise zu einem Ergebnis, das im Grunde genommen unabhängig ist von der Messmethode, abgesehen von verschiedenen Unsicherheiten, die mit den unterschiedlichen Methoden verbunden sind. Zum Beispiel kann bei Temperaturwerten, die durch ein Quecksilberthermometer und ein Platin-Widerstandsthermometer angezeigt werden, erwartet werden, dass sie ähnlich sind (bis zu einem Grad, der durch ihre jeweiligen Unsicherheiten bestimmt wird), aber die zuzuordnende Unsicherheit wird für den Ersteren viel größer sein als für den Letzteren.

Ein *Prüfergebnis* hängt üblicherweise - manchmal stark - von der Methode und vom speziellen Verfahren ab, welche zum Bestimmen des Merkmals verwendet werden. Im Allgemeinen können verschiedene Prüfmethode unterschiedliche Ergebnisse hervorbringen, da ein Merkmal nicht unbedingt eine klar definierte Messgröße ist.

In *Messverfahren* werden Umgebungs- und Betriebsbedingungen entweder auf standardisierten Werten gehalten oder werden gemessen, um Korrekturfaktoren anzuwenden und das Ergebnis bezogen auf die standardisierten Bedingungen anzugeben. Zum Beispiel werden bei dimensionellen Messungen die Temperaturen von Werkstücken gemessen, um das Ergebnis hinsichtlich der Einflüsse der thermischen Ausdehnung zu korrigieren. Bei Gasströmungsmessungen werden Druck und Temperatur entweder auf einem bestimmten Wert gehalten oder werden gemessen und als Basis für die Korrektur verwendet.

Prüfmethoden werden oft von Konventionen bestimmt. Diese Konventionen spiegeln unterschiedliche Belange/Interessen oder Ziele wider:

- die Prüfung muss charakteristisch sein in Bezug auf die realen Einsatzbedingungen des Produkts
- die Prüfbedingungen sind oft ein Kompromiss zwischen extremen Einsatzbedingungen
- die Prüfbedingungen müssen in einem Labor leicht reproduzierbar sein
- einzelne Prüfbedingungen sollten die Schwankungen im Prüfergebnis einschränken.

Um das letztgenannte Ziel zu erreichen, werden ein Sollwert und eine Toleranz für die entsprechenden Bedingungen definiert. Oftmals wird die Prüftemperatur angegeben, z.B. $38,0\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$. Es können jedoch nicht alle Bedingungen kontrolliert werden. Dieser Kenntnismangel bringt Schwankungen in den Ergebnissen mit sich. Eine wünschenswerte Eigenschaft einer Prüfmethode ist es, solche Schwankungen einzuschränken.

Um die Prüfergebnisse auszudrücken, wird für Prüfungen ein Gradmesser (wie z.B. eine physikalische Größe) verwendet. Zum Beispiel wird die Zündzeit oft als Gradmesser für eine Brandprüfung verwendet. Die Unsicherheit, die der Messung der Zündzeit zugeordnet ist, trägt zur Variabilität der Prüfergebnisse bei. Dieser Beitrag zu den Schwankungen ist jedoch üblicherweise geringfügig im Vergleich zu den Beiträgen, die der Prüfmethode und unkontrollierten Bedingungen anhaften. Trotzdem sollte dieser Aspekt jeweils bestätigt werden.

Um die dem Prüfergebnis zugeordnete Unsicherheit zu ermitteln, sollten Prüflaboratorien alle Elemente der Prüfmethode und die Bedingungen, die während ihres Einsatzes vorherrschen, eingehend prüfen.

Prinzipiell kann das mathematische Modell, das das Prüfverfahren beschreibt, wie im GUM vorgeschlagen, festgelegt werden. Jedoch kann die Herleitung des Modells aus wirtschaftlichen oder anderen Gründen undurchführbar sein. In solchen Fällen kann eine alternative Herangehensweise zum Einsatz kommen. Insbesondere die Hauptbeiträge zur Variabilität können oft durch Ringversuche, wie in ISO 5725 [8] angegeben, ermittelt werden, wobei Schätzwerte der Wiederholpräzision, der erweiterten Vergleichpräzision und (manchmal) der Richtigkeit der Methode erhalten werden.

Ungeachtet der Unterschiede in der obigen Terminologie, wird ein quantitatives Prüfergebnis in diesem Dokument als Messergebnis im Sinne des GUM betrachtet. Der maßgebliche Unterschied ist, dass ein umfassendes mathematisches Modell, welches alle Einflüsse auf die Messgröße beschreibt, im Prüfwesen eher nicht zur Verfügung steht. Die Ermittlung der Unsicherheit im Prüfwesen kann deshalb die Verwendung von Studien zum Einsatz von Validierungs- und Verfahrenskenngrößen erfordern, wie sie in Abschnitt 6 beschrieben sind.

6 EINSATZ VON VALIDIERUNGS- UND VERFAHRENSKENNGRÖSSEN FÜR DIE UNSICHERHEITSERMITTLUNG

6.1 Quellen der Verfahrens- und Validierungskenngrößen

Die beobachteten Leistungsmerkmale von Prüfmethoden sind oftmals entscheidend bei der Ermittlung der Unsicherheit, die den Ergebnissen zugeordnet wird (Abschnitt 4 dieses Kapitels). Dies ist insbesondere dann der Fall, wenn die Ergebnisse maßgeblichen und unvorhersehbaren Einflüssen unterliegen, die als zufällig betrachtet werden können, oder wenn die Entwicklung eines umfassenden mathematischen Modells nicht praktikabel ist. Verfahrenskenngrößen schließen sehr häufig den Einfluss verschiedener Unsicherheitsquellen gleichzeitig ein und ihre Verwendung kann dementsprechend das Unsicherheitsermittlungsverfahren beträchtlich vereinfachen. Informationen zur Verfahrensgüte von Prüfmethoden können üblicherweise erhalten werden aus

- Daten, die während der Validierung und Überprüfung einer Prüfmethode vor ihrer Verwendung in der Prüfumgebung erfasst werden
- Vergleichsstudien zwischen Laboratorien gemäß ISO 5725
- erfassten Qualitätskontrolldaten (d.h. Daten aus Kontrollproben)
- Eignungsprüfungsprogrammen, wie in EA-3/04 [10] beschrieben.

Dieser Abschnitt gibt allgemeine Anleitungen zur Anwendung von Daten aus allen diesen Quellen.

6.2 Daten, die während der Validierung und Verifizierung einer Prüfmethode vor ihrer Anwendung in der Prüfumgebung erfasst wurden

6.2.1 In der Praxis wird die Eignung von Prüfmethoden für Anwendungen in Routineprüfungen oft durch Methodvalidierung und Verifizierungsstudien geprüft. Die so gesammelten Daten können als Information bei der Ermittlung der Unsicherheit für Prüfmethoden dienen. Validierungsstudien für quantitative Prüfverfahren bestimmen üblicherweise einige oder alle der folgenden Parameter:

Präzision. Durch Untersuchungen innerhalb eines Laboratoriums erhält man die Präzision unter Wiederholbedingungen und Zwischenbedingungen, idealerweise über längere Zeiträume und durch verschiedene Bedienungspersonen und verschiedene Arten von Prüfgegenständen. Die beobachtete Präzision eines Prüfverfahrens ist ein wesentlicher Bestandteil der Gesamtunsicherheit, ungeachtet ob sie durch eine Kombination einzelner Varianzen oder durch eine Untersuchung der gesamten Methode bei der Durchführung bestimmt wurde.

Messabweichung (Bias). Die Messabweichung einer Prüfmethode wird gewöhnlich durch die Verwendung geeigneter Referenzmaterialien oder Messproben bestimmt. Das Ziel ist üblicherweise, signifikante Messabweichungen zu identifizieren und zu beseitigen. Im Allgemeinen ist die Unsicherheit, die mit der Bestimmung der Messabweichung einhergeht, ein wichtiger Bestandteil der Gesamtunsicherheit.

Linearität. Die Linearität ist eine wichtige Eigenschaft von Methoden, die verwendet werden, um Messungen über einen Wertebereich durchzuführen. Die Korrektur einer signifikanten Nichtlinearität wird oft durch die Anwendung nichtlinearer Kalibrierfunktionen erreicht. Alternativ wird der Effekt durch die Wahl eines begrenzten Arbeitsbereichs vermieden. Verbleibende Abweichungen von der Linearität werden normalerweise durch die Verwendung der Gesamtpräzisionsdaten ausreichend berücksichtigt. Wenn diese Abweichungen im Vergleich zu den Unsicherheiten, die der

Kalibrierung zugerechnet werden, vernachlässigbar sind, ist eine zusätzliche Unsicherheitsermittlung nicht erforderlich.

Nachweisvermögen. Die untere Grenze der Durchführbarkeit einer Prüfmethode kann festgelegt werden. Der erhaltene Wert ist nicht direkt relevant für die Ermittlung der Unsicherheit. Im Bereich oder nahe der unteren Grenze wird die Unsicherheit wahrscheinlich verglichen mit dem Messwert relativ groß sein, was zu praktischen Schwierigkeiten beim Bewerten und Angeben der Unsicherheit führt. Der Verweis auf die entsprechende Dokumentation zur Behandlung und Angabe von Ergebnissen in diesem Bereich wird entsprechend empfohlen [13].

Selektivität und Spezifität. Diese Begriffe beziehen sich auf die Fähigkeit einer Prüfmethode, auf die entsprechende Messgröße in Gegenwart störender Einflüsse zu reagieren. Sie sind besonders bei chemischen Prüfungen wichtig. Sie stellen jedoch qualitative Begriffe dar und liefern keine direkten Informationen zur Unsicherheit, obwohl der Einfluss der störenden Effekte prinzipiell in die Unsicherheitsermittlung einfließt [12].

Robustheit und Unempfindlichkeit. Viele Methodenentwicklungs- oder Validierungsvorschriften fordern, dass die Empfindlichkeit gegenüber bestimmten Parametern direkt untersucht wird. Daten zur Unempfindlichkeit können daher Informationen über den Einfluss wichtiger Parameter liefern und sind besonders wichtig beim Feststellen, ob ein bestimmter Einfluss signifikant ist [13].

6.2.2 Empirische Studien zur Verfahrensgüte sollten sorgfältig durchgeführt werden. Insbesondere:

- *Repräsentativität* ist wichtig: Soweit als möglich sollten Studien durchgeführt werden, um einen realistischen Überblick über die Anzahl und den Bereich der Effekte zu geben, die sowohl bei normalem Einsatz der Methode wirksam sind als auch die Spanne von Werten und Probenarten innerhalb des Anwendungsbereichs der Methode abdecken. Schätzungen der Präzision, die eine breite Vielfalt an Schwankungsquellen umfassen, sind in dieser Hinsicht besonders geeignet.
- Wo vermutet wird, dass Faktoren sich gegenseitig beeinflussen, sollte der Einfluss der Wechselwirkung in Betracht gezogen werden. Dies kann entweder durch zufällige Auswahl verschiedener Werte sich gegenseitig beeinflussender Parameter sichergestellt werden oder durch sorgfältige systematische Planung, um Informationen sowohl zur Varianz als auch zur Kovarianz zu erhalten.
- Bei der Durchführung von Studien zur Gesamtmessabweichung (overall bias) ist es wichtig, dass die Referenzmaterialien und die -werte zu den in Routineprüfungen verwendeten Materialien passen.

Sorgfältige experimentelle Planung ist folglich von außerordentlichem Wert um sicherzustellen, dass alle relevanten Faktoren entsprechend berücksichtigt und richtig ermittelt werden.

6.2.3 Die allgemeinen Prinzipien der Verwendung von Validierungs- und Verfahrenskenngrößen zur Unsicherheitsermittlung sind denen ähnlich, die zur Nutzung der Verfahrenskenngrößen (siehe oben) anwendbar sind. Jedoch ist es wahrscheinlich, dass die verfügbaren Verfahrenskenngrößen weniger Unsicherheitsbeiträge erfassen. Ein typisches Vorgehen ist:

- Stellen Sie eine Liste der relevanten Unsicherheitsquellen zusammen. Es ist üblicherweise zweckmäßig, diejenigen Messgrößen einzubeziehen, die während einer Prüfung konstant gehalten werden und entsprechende

Präzisionsbedingungen zu implementieren, um die Schwankungen der einzelnen Messungen oder der Prüfmethode als Ganzes zu berücksichtigen. Ein Ursache-Wirkungs-Diagramm [13] ist ein sehr geeignetes Mittel, um die Unsicherheitsquellen zusammenzufassen und um zu zeigen, wie sie zueinander in Beziehung stehen und ihren Einfluss auf die dem Ergebnis zugeordnete Unsicherheit aufzuzeigen.

- Stellen Sie die verfügbaren Verfahrenskenngrößen und Kalibrierdaten zusammen.
- Überprüfen Sie, welche Unsicherheitsquellen durch die verfügbaren Daten hinreichend berücksichtigt werden. Es ist im Allgemeinen nicht erforderlich, die Wirkung aller Beiträge getrennt darzustellen. Wenn mehrere Einflüsse zu einer Gesamtverfahrenskenngröße beitragen, können sie alle als berücksichtigt betrachtet werden. Präzisionsdaten, die eine große Vielzahl an Schwankungsquellen abdecken, sind deshalb besonders wertvoll, da sie oft viele Einflüsse gleichzeitig umfassen (aber beachten Sie, dass Präzisionsdaten allein im Allgemeinen nicht ausreichend sind, es sei denn, dass alle anderen Faktoren eingeschätzt werden und sich dabei als vernachlässigbar erweisen).
- Für die Unsicherheitsquellen, die durch vorhandene Daten nicht entsprechend abgedeckt werden, ist entweder nach zusätzlichen Informationen aus der Literatur oder aus vorhandenen Daten zu suchen (Zertifikate, Spezifikationen zu Ausrüstungen usw.) oder es sind Versuche zu planen, um die erforderlichen zusätzlichen Daten zu gewinnen.

6.3 Ringversuchsstudie zur Leistungsfähigkeit von Prüfmethoden nach ISO 5725 oder ähnlicher normativer Dokumente

6.3.1 Ringversuche nach ISO 5725 liefern üblicherweise die Wiederholstandardabweichung s_r , und die Vergleichstandardabweichung s_R (beide in ISO 3534-1 [5] definiert) und können auch einen Schätzwert zur Richtigkeit liefern (gemessen als Abweichung bezüglich eines bekannten Referenzwertes). Die Verwendung dieser Daten zur Ermittlung der Unsicherheit in der Prüfung ist ausführlich in ISO TS 21748 [9] behandelt. Die allgemeinen Prinzipien sind:

- i) Ermitteln der Relevanz der Verfahrenskenngrößen für die Messergebnisse aus einem bestimmten Messprozess. Abschnitt 6.2 dieses Dokuments enthält Ausführungen zu erforderlichen Maßnahmen.
- ii) Ermitteln der Relevanz der Verfahrenskenngrößen für den Prüfgegenstand durch Identifizieren der Unterschiede hinsichtlich der Probenbehandlung, der Probenahme oder der erwarteten Signalhöhe beim Prüfgegenstand des Laboratoriums im Vergleich zu den Prüfgegenständen, die in der Vergleichsstudie untersucht wurden. Eine Anpassung der Vergleichstandardabweichung kann erforderlich sein, um z.B. Änderungen der Präzision mit der Signalhöhe zu berücksichtigen.
- iii) Identifizieren und Ermitteln zusätzlicher Unsicherheiten, die Faktoren zugeordnet sind, die durch die Vergleichsstudie nicht angemessen abgedeckt wurden (siehe 6.3.2).
- iv) Verwenden der Grundsätze des GUM bei der Zusammenführung aller signifikanten Unsicherheitsbeiträge einschließlich der Vergleichstandardabweichung (angepasst, falls erforderlich), jedweder Unsicherheit, die einer laborbedingten Abweichung der Prüfmethode zuzuordnen ist, sowie der Unsicherheiten, die aus zusätzlichen Effekten entstehen, wie unter iii) identifiziert.

Diese Grundsätze sind auf Prüfmethoden anwendbar, die Ringversuchen unterzogen wurden. Zu Einzelheiten bezüglich des relevanten Verfahrens wird für diese Fälle der Verweis auf ISO TS 21748 empfohlen. Der EURACHEM/CITAC Guide [12] liefert ebenfalls Anleitungen zur Verwendung von Daten aus Vergleichsstudien zwischen Laboratorien in der chemischen Prüfung.

6.3.2 Zusätzliche Quellen (6.3.1 iii)), die besonderer Betrachtung bedürfen können, sind:

- Probenahme. Vergleichsstudien beziehen selten den Probenahmeschritt mit ein. Wenn die hauseigene Methode eine Probenteilung mit einschließt oder die Messgröße eine integrale Eigenschaft einer kleinen Probe (d.h. eine Eigenschaft der Probe als Ganzes, z.B. der Gesamtgehalt eines Bestandteils) ist, so sollten die Einflüsse bei der Probenahme untersucht und deren Wirkung miteinbezogen werden.
- Vorbehandlung. In den meisten Studien liegen die Proben homogenisiert vor und können zusätzlich stabilisiert worden sein, bevor sie versandt werden. Es kann erforderlich sein, die Einflüsse eines besonderen, hausintern angewandten Präparationsverfahrens zu untersuchen und zusätzlich zu berücksichtigen.
- Methodenbedingte Messabweichung (method bias). Die methodenbedingte Messabweichung wird oft vor oder während der Vergleichsstudien untersucht, wo möglich durch Vergleich mit Referenzmethoden oder Referenzmaterialien. Falls die Messabweichung selbst, die den verwendeten Referenzwerten zugeordneten Standardunsicherheiten und die Standardunsicherheit, welche der geschätzten Messabweichung zugeordnet ist, gering sind im Vergleich zur Vergleichstandardunsicherheit, braucht die Unsicherheit, die durch die methodenbedingte Messabweichung einfließt, keine zusätzliche Berücksichtigung zu finden. Andernfalls ist es erforderlich, sie zu berücksichtigen.
- Variationen der Bedingungen. Laboratorien, die an einer Studie teilnehmen, können dazu neigen, ihre Ergebnisse in Richtung eines mittleren Bereichs der experimentellen Bedingungen zu lenken, was eine Unterschätzung der Ergebnisbereiche, die innerhalb der Methodendefinition möglich sind, zur Folge hat. Eine zusätzliche Berücksichtigung ist nicht erforderlich, wenn solche Einflüsse untersucht wurden und sich gezeigt hat, dass sie über den gesamten zugelassenen Bereich bedeutungslos sind.
- Änderungen in der Art der Probe. Die Unsicherheit, die aus Proben resultiert, die Eigenschaften außerhalb des durch die Studie abgedeckten Bereichs aufweisen, muss berücksichtigt werden.

6.4 Qualitätskontrolldaten für Prüf- oder Messprozesse

6.4.1 Viele Prüf- oder Messprozesse unterliegen Kontrollprüfungen, die auf periodischen Messungen eines stabilen, aber andererseits auch typischen Prüfgegenstandes beruhen, um signifikante Abweichungen vom Normalbetrieb zu identifizieren. Die so über einen langen Zeitraum gewonnenen Daten bieten eine wertvolle Datenquelle für die Unsicherheitsermittlung. Die Standardabweichung eines solchen Datensatzes liefert eine kombinierte Schätzung der Variabilität, die aus vielen möglichen Ursachen entsteht. Daraus folgt, dass, wenn die Standardabweichung in derselben Weise als Verfahrenskenngröße (oben) angewandt wird, sie die Grundlage für eine Unsicherheitsermittlung bildet, die unmittelbar einen Großteil der Streuungen berücksichtigt, die ansonsten eine Ermittlung einzelner Einflüsse erfordern würde.

6.4.2 Qualitätskontrolldaten (QK) dieser Art berücksichtigen üblicherweise nicht die Probenziehung, den Einfluss der Unterschiede zwischen den Prüfgegenständen, die Einflüsse bei den Änderungen der Signalhöhe bzw. Inhomogenität der Prüfgegenstände. Qualitätskontrolldaten sollten folglich mit Bedacht auf ähnliche Materialien und mit gebührender Berücksichtigung zusätzlicher Einflüsse, die vernünftigerweise auftreten könnten, angewandt werden.

6.4.3 Normalerweise werden Datenpunkte von Qualitätskontrolldaten vor der Berechnung der Standardabweichung aus dem Datensatz entfernt, wenn sie zu einer Verwerfung von Mess- und Prüfergebnissen führen und Korrekturmaßnahmen nach sich ziehen.

6.5 Daten aus Eignungsprüfungen

6.5.1 Eignungsprüfungen sind gedacht zur periodischen Überprüfung der Gesamtleistung eines Laboratoriums und werden am besten zu diesem Zweck verwendet (EA-3/04 [10] sowie die darin zitierten Verweise). Die Ergebnisse eines Laboratoriums aus der Teilnahme an Eignungsprüfungen können dementsprechend verwendet werden, um die Unsicherheitsermittlung zu prüfen, da diese Unsicherheit kompatibel sein sollte zu der Streubreite der Ergebnisse, die von diesem Laboratorium über eine Reihe von Eignungsprüfungsrunden erzielt werden.

6.5.2 Im Allgemeinen werden Eignungsprüfungen nicht oft genug durchgeführt, um die Leistungsfähigkeit eines einzelnen Laboratoriums bei der Durchführung einer Prüfmethode gut einschätzen zu können. Zusätzlich dazu schwankt die Beschaffenheit der weitergegebenen Prüfgegenstände üblicherweise ebenso wie das erwartete Ergebnis. Es ist daher schwierig, repräsentative Daten für klar definierte Prüfgegenstände zu sammeln. Darüber hinaus verwenden viele Programme zur Bewertung der Leistungsfähigkeit eines Laboratoriums Konsenswerte, die gelegentlich zu offenbar ungewöhnlichen Ergebnissen bei einzelnen Laboratorien führen. Ihre Verwendung für die Bewertung der Unsicherheit ist dementsprechend begrenzt. Jedoch in Spezialfällen, wo

- die Arten der im Programm verwendeten Prüfgegenstände den routinemäßig geprüften entsprechen
- die zugewiesenen Werte in jeder Runde rückführbar auf die entsprechenden Referenzwerte sind und
- die Unsicherheit, die dem zugewiesenen Wert zugeordnet ist, gering ist im Vergleich zur beobachteten Streubreite der Ergebnisse,

bildet die Streuung der Unterschiede zwischen den Werten des Laboratoriums und den zugewiesenen Werten, die in wiederholten Runden erzielt wurden, eine Grundlage für die Ermittlung der Unsicherheit, welche auf die Teile des Messverfahrens innerhalb des Anwendungsbereichs des Programms zurückzuführen ist.

6.5.3 Die systematische Abweichung von rückgeführten zugewiesenen Werten sowie andere Unsicherheitsquellen (wie z.B. solche, die im Zusammenhang mit der Verwendung von Daten aus Vergleichsversuchen in Übereinstimmung mit ISO 5725 erzielt wurden) müssen ebenfalls berücksichtigt werden.

6.5.4 Es wird anerkannt, dass die obige Herangehensweise relativ restriktiv ist. Die neue Anleitung von EUROLAB [14] schlägt vor, dass in einigen Fällen Daten aus Eignungsprüfungen eine breitere Anwendbarkeit beim Bereitstellen eines vorläufigen Unsicherheitsschätzwertes haben könnten.

6.6 Signifikanz von Unsicherheitsbeiträgen

6.6.1 Nicht alle bei der Unsicherheitsermittlung identifizierten Unsicherheitsquellen liefern einen signifikanten Beitrag zur kombinierten Unsicherheit. In der Tat ist es in der Praxis wahrscheinlich, dass nur eine kleine Anzahl dies tut. Diese wenigen bedürfen sorgfältiger Untersuchung, um zuverlässige Schätzwerte ihrer Beiträge zu erhalten. Eine vorläufige Einschätzung des Beitrags jeder Komponente oder der Kombination von Komponenten zur Unsicherheit sollte vorgenommen werden, wenn erforderlich durch Abschätzung, und die am signifikantesten sollten besonders beachtet werden.

6.6.2 Bei der Entscheidung, ob ein Unsicherheitsbeitrag vernachlässigt werden kann, ist es wichtig Folgendes zu betrachten:

- Die relative Größe der größten und kleineren Beiträge. Z.B. trägt ein Beitrag, der 1/5 des größten Beitrages beträgt, höchstens zu 2%³ der kombinierten Standardunsicherheit bei.
- Der Einfluss auf die angegebene Unsicherheit. Es ist unklug, Näherungen vorzunehmen, die die angegebene Unsicherheit bzw. die Interpretation des Ergebnisses wesentlich beeinflussen.
- Das Maß an Strenge, das bei der Unsicherheitsermittlung gerechtfertigt ist, berücksichtigt den Auftraggeber und die gesetzlichen und weitere externe Regelungen, z.B. während der Vertragsprüfung.

6.7 Nutzung von Daten aus früheren Studien

Um die Ergebnisse früherer Studien über die Methode zur Ermittlung der Unsicherheit zu nutzen, ist es erforderlich, die Gültigkeit der Anwendung der Ergebnisse früherer Studien nachzuweisen. Üblicherweise besteht dies aus

- dem Nachweis, dass eine vorher erreichte Präzision wieder erreicht werden kann
- dem Nachweis, dass die Verwendung früher erhaltener Daten zur Messabweichung gerechtfertigt ist, typischerweise durch die Bestimmung der Messabweichung mit Hilfe relevanter Referenzmaterialien (siehe z.B. ISO Guide 33 [4]), durch zufrieden stellende Leistung bei relevanten Eignungsprogrammen oder anderer Vergleiche zwischen Laboratorien
- der kontinuierlichen Durchführung unter statistischer Kontrolle, durch regelmäßige Ergebnisse aus Qualitätskontrollproben und Umsetzung wirksamer analytischer Qualitätssicherungsmaßnahmen.

Wenn die obigen Bedingungen eingehalten werden und die Methode innerhalb ihres Geltungs- und Anwendungsbereichs eingesetzt wird, ist es in der Regel akzeptabel, Daten aus früheren Studien (einschließlich Validierungsuntersuchungen) direkt bei der Unsicherheitsermittlung im in Frage kommenden Laboratorium anzuwenden.

Für Methoden, die innerhalb ihres festgelegten Anwendungsbereichs betrieben werden, kann die Vergleichstandardabweichung s_R als kombinierte Standardunsicherheit dann verwendet werden, wenn die kritische Überprüfung zeigt, dass alle identifizierten Quellen in die Validierungsuntersuchung einbezogen worden sind oder wenn die Beiträge aus den verbleibenden Quellen sich als vernachlässigbar erwiesen haben.

³ Anmerkung: Die Angabe 2% im Originaltext ist falsch.

Wenn es signifikante Unsicherheitsquellen gibt, die nicht in die Validierungsuntersuchung einbezogen sind, werden ihre Beiträge getrennt ermittelt und mit s_R kombiniert, um die Gesamtunsicherheit zu erhalten.

7 ANGABE DER ERGEBNISSE AUS EINER QUANTITATIVEN PRÜFUNG

Eine quantitative Prüfung führt immer zu einem Wert, der vorzugsweise in SI-Einheiten ausgedrückt werden sollte. Wenn eine zugeordnete Unsicherheit ebenfalls anzugeben ist (siehe ISO/IEC 17025 [7]), sollte die Anleitung in diesem Abschnitt befolgt werden.

- 7.1 Sobald die erweiterte Unsicherheit für ein bestimmtes Vertrauensniveau (üblicherweise 95%) berechnet wurde, sollten das Prüfergebnis y und die erweiterte Unsicherheit U als $y \pm U$ angegeben werden und von einer Angabe zum Vertrauensniveau begleitet sein. Diese Angabe hängt von der Art der Wahrscheinlichkeitsverteilung ab. Einige Beispiele sind unten dargestellt. Alle unten angeführten Abschnitte, die sich auf ein Vertrauensniveau von 95% beziehen, erfordern eine Modifizierung, wenn ein anderes Vertrauensniveau gefordert wird.

7.1.1 Normalverteilung

Um das Abdeckungsintervall auf einem Vertrauensniveau von 95% zu bestimmen, kann man eine Normalverteilung annehmen, wenn das Modell bezüglich der Eingangsgrößen linear ist *und* eine der folgenden drei Möglichkeiten zur Anwendung kommt:

1. Es gibt einen einzelnen, dominanten Beitrag zur Unsicherheit, der sich aus einer Normalverteilung ergibt, und die Anzahl der Freiheitsgrade größer als 30 ist.
2. Die drei größten Unsicherheitsbeiträge sind von vergleichbarer Größe.
3. Die drei größten Beiträge sind von vergleichbarer Größe und die Zahl der effektiven Freiheitsgrade⁴ ist größer als 30.

Unter diesen Umständen kann die folgende Aussage gemacht werden:

Die angegebene erweiterte Unsicherheit beruht auf einer Standardunsicherheit, multipliziert mit dem Erweiterungsfaktor $k = 2$, die für eine Normalverteilung ein Vertrauensniveau von ca. 95% bildet.

Anmerkung: Normalität sollte NICHT angenommen werden, wenn das Messmodell in dem Bereich, der von Interesse ist, maßgeblich nicht-linear ist, insbesondere wenn die Unsicherheiten bei den Eingangswerten groß sind im Vergleich zu den Eingangswerten selbst. Unter diesen Umständen ist ein Verweis auf anspruchsvollere Texte, wie z.B. den GUM, erforderlich.

7.1.2 t-Verteilung

Die t-Verteilung kann angenommen werden, wenn die Bedingungen für die Normalverteilung (siehe Vorbemerkung) gegeben sind, die Anzahl der Freiheitsgrade

⁴ Der effektive Freiheitsgrad kann durch eine der folgenden Methoden abgeschätzt werden:

- durch Übernahme des effektiven Freiheitsgrades eines einzelnen, dominanten Beitrags
- durch Verwendung der Welch-Satterthwaite-Formel, die im GUM sowie in EA-4/02 aufgeführt ist
- (näherungsweise) durch Verwendung der Anzahl der Freiheitsgrade für den größten Beitrag

aber geringer als 30 ist.⁵ Unter diesen Umständen kann die folgende Aussage (in der die entsprechenden numerischen Werte für XX und YY substituiert werden) gemacht werden:

Die angegebene erweiterte Unsicherheit beruht auf einer Standardunsicherheit, multipliziert mit dem Erweiterungsfaktor $k = XX$, die für eine t-Verteilung mit $v_{\text{eff}} = YY$ effektiven Freiheitsgraden ein Vertrauensniveau von ca. 95% liefert.

7.1.3 Dominante (nicht normal-verteilte) Beiträge in der Ermittlung der Unsicherheit nach Typ B

Wenn die dem Messergebnis zugeordnete Unsicherheit durch einen Beitrag dominiert wird, der sich aus einer Eingangsgröße ergibt, die nicht normal verteilt ist und wenn deren Beitrag so groß ist, dass nach Faltung der Verteilung für die Größe mit den Verteilungen für die übrigen Eingangsgrößen weder eine Normal- noch eine t-Verteilung erhalten wird, sollten spezielle Betrachtungen festgelegt werden, um einen Erweiterungsfaktor zu erhalten, der ein Vertrauensniveau von ca. 95% liefert. Für ein additives Modell, d.h. wenn die Messgröße als eine Linearkombination der Eingangsgrößen ausgedrückt werden kann, kann die Wahrscheinlichkeitsverteilung für die Messgröße durch Faltung, d.h. Fortpflanzung der Wahrscheinlichkeitsverteilungen für die Eingangsgrößen, erhalten werden. Selbst in diesem Fall und fast immer, wenn das Modell nicht-linear ist, kann die erforderliche Mathematik jedoch schwierig sein. In einem solchen Fall ist eine praktische Herangehensweise vorzusetzen, dass sich die resultierende Verteilung nur wenig von der Form der dominanten Komponente unterscheidet.

In vielen Fällen wird einer dominanten nicht-normal verteilten Eingangsgröße eine Rechteckverteilung zugewiesen. In solch einem Fall kann die Rechteckverteilung dann der Messgröße zugewiesen werden. Eine erweiterte Unsicherheit auf einem Vertrauensniveau von 95% kann durch Multiplizieren der kombinierten Unsicherheit mit $0.95\sqrt{3} = 1.65$ erreicht werden. Unter diesen Umständen kann die folgende Aussage gemacht werden:

Die angegebene erweiterte Messunsicherheit wird von einer einzelnen Unsicherheitskomponente dominiert, für die eine rechteckige Wahrscheinlichkeitsverteilung angenommen wird. Ein Erweiterungsfaktor von 1.65 ($=0.95\sqrt{3}$) wird folglich verwendet, um ein Vertrauensniveau von etwa 95% zu liefern.

- 7.2 Im Sinne dieses Dokuments wird der Begriff "näherungsweise" in der Bedeutung von "tatsächlich" oder "in den meisten praktischen Umsetzungen" interpretiert.
- 7.3 Verwiesen werden sollte auch auf die Methode, mit der die Unsicherheiten ermittelt wurden.
- 7.4 In einigen Prüfsituationen wird es nicht möglich sein, metrologisch korrekte numerische Werte für jede Unsicherheitskomponente zu ermitteln. In solchen Fällen sollten die Angaben derart sein, dass dies klar herausgestellt wird. Wenn die Unsicherheit sich z.B. nur auf die Wiederholpräzision gründet, ohne dass andere Faktoren berücksichtigt werden, dann sollte dies angegeben werden.

⁵ Die t-Verteilung kann angenommen werden, wenn man von einer unendlich großen Probe ausgeht, die normal verteilt wäre, aber die Anzahl der genommenen Stichproben ≤ 30 ist.

7.5 Sofern die Unsicherheit der Probenahme nicht vollständig berücksichtigt wurde, sollte auch klargestellt werden, dass sich das Ergebnis und die zugeordnete Unsicherheit nur auf die geprüfte Probe beziehen und nicht auf die gesamte Charge, von der die Probe stammt.

7.6 Die Anzahl der Dezimalstellen in einer angegebenen Unsicherheit sollte immer die praktische Messfähigkeit reflektieren. Im Hinblick auf den Prozess zur Ermittlung von Unsicherheiten ist es selten gerechtfertigt, mehr als zwei signifikante Ziffern anzugeben. Oft ist eine einzelne signifikante Ziffer angebracht. In gleicher Weise sollte der numerische Wert des Ergebnisses so gerundet werden, dass die letzte Dezimalziffer der letzten Ziffer der Unsicherheit entspricht. Die üblichen Regeln zur Rundung können in beiden Fällen angewandt werden.

Z.B. wenn ein Ergebnis von 123,456 (Einheiten) erzielt wird und sich aus der Ermittlung eine Unsicherheit von 2,27 (Einheiten) ergibt, so würde die Verwendung der zwei signifikanten Dezimalstellen gerundete Werte von 123,5 Einheiten \pm 2,3 (Einheiten) ergeben.

7.7 Das Prüfergebnis kann gewöhnlich als $y \pm U$ ausgedrückt werden. Es kann jedoch Situationen geben, wo die oberen und unteren Grenzen unterschiedlich sind, z.B. wenn Unsicherheiten höherer Ordnung auftreten. Wenn solche Unterschiede klein sind, dann ist es am praktischsten für die erweiterte Unsicherheit die größere der beiden als \pm anzugeben. Wenn es jedoch einen signifikanten Unterschied zwischen den oberen und unteren Werten gibt, sollten sie getrennt ermittelt und angegeben werden. Dies kann z.B. dadurch erreicht werden, dass der kürzeste Abdeckungsbereich auf dem gewünschten Vertrauensniveau in der Wahrscheinlichkeitsfunktion für die Messgröße bestimmt wird.

Z.B. könnte praktischerweise für eine Unsicherheit von +6,5 Einheiten und -6,7 Einheiten einfach $\pm 6,7$ Einheiten angegeben werden. Wenn die Werte jedoch +6,5 Einheiten und -9,8 Einheiten betragen würden, sollten sie getrennt werden, z.B. +6,5 Einheiten; -9,8 Einheiten.

8 SCHRITTWEISE UMSETZUNG DES UNSICHERHEITSKONZEPTS

Es wird anerkannt, dass die Kenntnisse über die Formulierung des mathematischen Modells und die Bestimmung der verschiedenen Einflussfaktoren im Allgemeinen in den verschiedenen Prüfgebieten unterschiedlich sind.

Bei der Umsetzung der ISO/IEC 17025 ist dieser Aspekt zu berücksichtigen. Im Allgemeinen kann von Laboratorien nicht erwartet werden, dass sie wissenschaftliche Forschung in die Wege leiten, um die Unsicherheiten bewerten zu können, die ihren Messungen und Prüfungen zugeordnet sind. Die entsprechenden Anforderungen der Akkreditierungsstellen sollten dem aktuellen Wissensstand in dem entsprechenden Prüfgebiet angepasst werden.

Wenn kein mathematisches Modell als Grundlage für die Bewertung der Messunsicherheit zur Verfügung steht, können die Laboratorien

- diejenigen Größen und Parameter auflisten, von denen erwartet wird, dass sie einen signifikanten Einfluss auf die Unsicherheit haben werden sowie ihren Beitrag zur Gesamtunsicherheit schätzen

- betreffende Daten zur Wiederhol- und Vergleichpräzision verwenden, die aus der Validierung, internen Qualitätssicherung oder aus Ringversuchen vorhanden sein können
- auf Daten oder Verfahren verweisen, die in den relevanten Prüfnormen angeführt sind
- die oben erwähnten Herangehensweisen kombinieren.

Laboratorien sollten sich, wo angebracht, bemühen, ihre Unsicherheitsermittlungen weiterzuentwickeln und z.B. Folgendes berücksichtigen:

- neuere Daten aus der internen Qualitätssicherung, um die statistische Grundlage für die Unsicherheitsermittlung zu erweitern
- neue Daten aus der Teilnahme an Ringversuchen oder Eignungsprüfungen
- Überarbeitungen relevanter Normen
- spezielle Leitfäden für das entsprechende Prüfgebiet.

Folglich werden die Akkreditierungsstellen in der Lage sein, ihre Anforderungen bezüglich der Messunsicherheit in Übereinstimmung mit der Entwicklung der Kenntnisse auf diesem Gebiet neu zu definieren. Auf lange Sicht werden die Unterschiede in den Anforderungen an verschiedene Fachgebiete hinsichtlich der Art und Weise, wie die Messunsicherheit ermittelt wird, abnehmen. Laboratorien sollten jedoch die für ihren Bereich geeignetste Herangehensweise wählen und die Messunsicherheit dem Verwendungszweck angemessen ermitteln.

9 VORTEILE DER UNSICHERHEITSERMITTLUNG FÜR PRÜFLABORATORIEN

Es gibt mehrere Vorteile, die mit der Ermittlung der Messunsicherheit im Prüfwesen verbunden sind, obwohl die Aufgabe zeitaufwendig sein kann.

- Die Messunsicherheit unterstützt quantitativ wichtige Fragen, wie z.B. Risikokontrolle und die Glaubwürdigkeit von Prüfergebnissen.
- Eine Angabe der Messunsicherheit kann einen direkten Wettbewerbsvorteil darstellen, indem sie das Ergebnis wertvoller macht und seine Bedeutung erhöht.
- Die Kenntnisse über quantitative Einflüsse einzelner Größen auf das Prüfergebnis verbessern die Zuverlässigkeit des Prüfverfahrens. Korrekturmaßnahmen können effizienter umgesetzt werden und werden folglich kosteneffizienter.
- Die Ermittlung der Messunsicherheit liefert Ansatzpunkte zur Optimierung der Prüfverfahren durch ein besseres Verständnis des Prüfprozesses.
- Auftraggeber, wie z.B. Produktzertifizierungsstellen, brauchen beim Feststellen der Übereinstimmung mit Spezifikationen Informationen über die Unsicherheit, die dem Ergebnis zugeordnet wird.
- Kalibrierungskosten können reduziert werden, wenn durch die Ermittlung gezeigt werden kann, dass bestimmte Einflussgrößen nicht substantiell zur Unsicherheit beitragen.

10 VERWEISE

- [1] Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement. BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML. International Organization for Standardization, Printed in Switzerland, ISBN 92-67-10188-9, First Edition, 1993. Corrected and reprinted 1995. Deutsche Übersetzung: DIN V ENV 13005: Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, Beuth Verlag Berlin, 1995, ISBN 3-410-13405-0 (Deutsche Übersetzung des GUM)
- [2] International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology (VIM). International Organization for Standardization, 1993 (under revision).
- [3] ISO/IEC Guide 2:1996, Standardization and related activities - General vocabulary
- [4] ISO Guide 33:2000, Uses of certified reference materials
- [5] ISO/IEC 3534-1:1994, Statistics - Vocabulary and symbols Part 1: Probability and general statistical terms
- [6] ISO/IEC 3534-2:1994, Statistics - Vocabulary and symbols Part 2: Statistical quality
- [7] ISO/IEC 17025:1999, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
- [8] ISO/IEC 5725: 1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results
- [9] ISO/TS 21748: 2002, - Guide to the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty evaluation
- [10] EA-3/04, Use of Proficiency Testing as a Tool for Accreditation in Testing (with EUROLAB and EURACHEM) Aug 2001
- [11] EA-4/02 Expression of the Uncertainty of Measurements in Calibration (including supplements 1 and 2 to EA-4/02) (previously EAL-R2), Dec 1999
Deutsche Übersetzung:
DKD-3: Angabe der Messunsicherheit bei Kalibrierungen (Deutsche Fassung der Publikation EA-4/02: "Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration"), Deutscher Kalibrierdienst DKD, Braunschweig, Ausgabe 2002, www.dkd.ptb.de/publikationen.htm
DKD-3-E1: Angabe der Messunsicherheit bei Kalibrierungen, Ergänzung 1, Beispiele (Deutsche Fassung der Publikation EA-4/02-S1: Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration, Supplement 1 – Examples), Deutscher Kalibrierdienst DKD, Braunschweig, Ausgabe 1998, www.dkd.ptb.de/publikationen.htm
DKD-3-E2: Angabe der Messunsicherheit bei Kalibrierungen, Ergänzung 2 – Zusätzliche Beispiele
(Deutsche Fassung der Publikation EA-4/02-S2: Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration, Supplement 2 – Examples), Deutscher Kalibrierdienst DKD, Braunschweig, Ausgabe 2002, www.dkd.ptb.de/publikationen.htm
- [12] EURACHEM / CITAC Guide CG 4, Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement (second edition) 2000
- [13] EURACHEM, The Fitness for Purpose of Analytical Methods (ISBN 0- 948926-12-0) 1998
- [14] EUROLAB, Technical report No.1/2002, June 2002
- [15] ILAC G17:2002, Introducing the Concept of Uncertainty of Measurement in Testing in Association with the Application of the Standard ISO/IEC 17025, November 2002

11 LITERATURVERZEICHNIS

AFNOR FD X 07-021 Métrologie et application de la statistique – Aide à la démarche pour l'évaluation et l'utilisation de l'incertitude des mesures et des résultats d'essais (1999) (Help to the process for the evaluation and the use of the measurement and test result uncertainty)

S L R Ellison, V Barwick. Accred. Qual. Assur. (1998) 3 101 – 105.

12 ANLAGE

Eine Bestandsaufnahme an Dokumenten (normative und nicht normative, vorhandene oder im Entwurfsstadium befindliche) zur Messunsicherheit (Dokument erstellt durch CEN / WG 122 und die EA-Gruppe "Uncertainty")
Zusammenstellung erarbeitet von Bernd Siebert.

Anhang: Alphabetische Dokumentenliste

| | |
|---|--|
| CEAL | Measurement uncertainty for environmental laboratories |
| CEN 12282 | In vitro diagnostic medical devices - Measurement of quantities in samples of biological origin - Description of reference |
| CEN ISO 18153 | In vitro diagnostic medical devices - Measurement of quantities in samples of biological origin - Metrological traceability of values for catalytic concentration of enzymes assigned to calibration and control materials |
| CEN/ISO 17511 | In vitro diagnostic medical devices - Measurement of quantities in samples of biological origin - Metrological traceability of values assigned to calibration and control materials |
| CLAS Reference Document 5 | General Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of Accredited Laboratories' Measurement Results |
| DIN (DRAFT) 32646 | Chemische Analyse - Erfassungs- und Bestimmungsgrenze als Verfahrenskenngrößen - Ermittlung in einem Ringversuch unter Vergleichbedingungen - Begriffe, Bedeutung, Vorgehensweise |
| DIN 1319 Teil 3 Teil 4 | DIN 1319 Teil 3 "Auswertung von Messungen einer einzelnen Messgröße, Messunsicherheit"; DIN 1319 Teil 4 "Behandlung von Unsicherheiten bei der Auswertung von Messungen" |
| DIN 32645 | Chemische Analytik - Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze - Ermittlung unter Wiederholbedingungen - Begriffe, Verfahren, Auswertung |
| DIN 51309 | Kalibrierung von Drehmomentmessgeräten für statische Drehmomente (Februar 1998) |
| DIN 58932-3 | Haematology - Determination of the concentration of blood corpuscles - Part 3 Determination of the concentration of erythrocytes; Reference method |
| DIN 58932-4 | Haematology - Determination of the concentration of blood corpuscles - Part 4 Determination of leucocytes; Reference method |
| DKD R 7-1 | Kalibrierung elektronischer nichtselbsttätiger Waagen |
| DKD R 7-1 Blatt 1-3 | Kalibrierung elektronischer nichtselbsttätiger Waagen |
| EA-10/03 | Calibration of Pressure Balances (July 1997) |
| EA-10/04 | Uncertainty of Calibration Results in Force Measurement (August 1996) |
| EA-10/14 | EA Guidelines on the Calibration of Static Torque Measuring Devices (June 2000) |
| EA-4/02 | Expression of the uncertainty of measurement in Calibration |
| EA-4/02 / DKD-3, E1 | Angabe der Messunsicherheit bei Kalibrierungen / Expression of the Uncertainty of Measurements in Calibration |
| EN 13274-1 to 8 | Respiratory protective devices - Methods of test - Parts 1 to 8 |
| EN 550 (1984), EN 552 (19984), EN 554 (1984), EN ISO 14967 (2000) and EN ISO 14160 (1998) | Sterilization of medical devices (CEN/TC 204) |
| EN 875, EN 876, EN 895, EN 910, EN 1043-1, EN 1043-2, EN 1321, EN 1320, prEN ISO 17641-2, prEN ISO 17641-3 | Destructive testing of welds (CEN/TC 121/SC 5) |
| EN 970, EN 1290, EN 1435, EN 1713, EN 1714 | Non-destructive testing of welds (CEN/TC121/WG13) |
| EN ISO 14253-1 | Geometrical product specification (GPS). Inspection by measurement of workpieces and measuring equipment. Part 1 Decision rules for proving conformance or non-conformance with specifications. |
| EN ISO 4259 | Petroleum products - Determination and application of precision data in relation to methods of test |

| | |
|---------------------|---|
| EN 12286 | In vitro diagnostic medical devices - Measurement of quantities in samples of biological origin - Presumptions of reference measurement procedures |
| EN 24185 | Measurement of liquid flow in closed conduits - Weighing method (ISO 4185:1980) |
| EN 29104 | Measurement of fluid flow in closed conduits - Methods of evaluating the performance of electromagnetic flow-meters for liquids |
| EN ISO 2922 | Acoustics - Measurement of noise emitted by vessels on inland water ways and harbours |
| EN ISO 4871 | Acoustics - Declaration and verification of noise emission values of machinery and equipment |
| EN ISO 5167 | Measurement of fluid flow by means of pressure differential devices - Part 1 Orifice plates, nozzles and Venturi tubes inserted in circular cross-section conduits running full |
| EN ISO 6817 | Measurement of conductive liquid flow in closed conduits - Methods using electromagnetic flow-meters (ISO 6817:1992) |
| EN ISO 9300 | Measurement of gas flow by means of critical flow Venturi nozzles |
| EN ISO 8316 | Measurement of liquid flow in closed conduits - Method by collection of the liquid in a volumetric tank (ISO 8316:1987) |
| EN V ISO 13530 | Water Quality - Guide to analytical quality control for water analysis (ISO/TR 13530:1997) |
| EURACHEM | Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement |
| EUROLAB | EUROLAB Technical Report "Measurement Uncertainty - a collection for beginners" |
| FD X 07-021 | Fundamental standards - Metrology and statistical applications - Aid in the procedure for estimating and using uncertainty in measurements and test results (AFNOR) |
| GUM | Guide to the Expression of uncertainty in measurement |
| Hanser Verlag | Method for estimation of uncertainty of hardness testing machines; PC file for the determination (NOTE: This is a comprehensive technical book, but not discussed in the context of this inventory) |
| ISO TC 14253-2 | GPS - Inspection by measurement of workpieces and measuring equipment. Part 2 Guide to the estimation of uncertainty in PGS measurement, in calibration equipment and in product verification |
| ISO 11200-ISO 11205 | Acoustics - Determination of emission and pressure levels of noise sources (series of standards in 6 parts) |
| ISO 11453 | Statistical interpretation of data . Tests and confidence intervals relating to proportion (1996) |
| ISO 11843-1 | Capability of detection - Part 1 Terms and Definitions (1997) |
| ISO 11843-2 | Capability of detection - Part 2 Methodology in the linear calibration case (2000) |
| ISO 13752 | Air quality - Assessment of uncertainty of a measurement method under field conditions using a second method as reference (1998) |
| ISO 14111 | Natural gas - Guidelines for traceability in analysis |
| ISO 15195 | Clinical laboratory medicine - Requirements for reference measurement Laboratories |
| ISO 16269-7 | Statistical interpretation of data - Part 7 Median - Estimation and confidence interval (2001) |
| ISO 3095 | Acoustics - Measurement of noise emitted by railbound vehicles |
| ISO 3534-1 | Statistics - Vocabulary and symbols - Part 1 Probability and general statistical terms (1993) |
| ISO 3534-2 | Statistics - Vocabulary and symbols - Part 2 Statistical quality control (1993) |
| ISO 3534-3 | Statistics - Vocabulary and symbols - Part 3 Design of experiments (1999) |
| ISO 362 | Acoustics - Measurement of noise emitted by accelerating road vehicles - Engineering Method |
| ISO 3740-3747 | Acoustics - Determination of sound power levels of noise sources using sound pressure (series of standards in 8 parts) |
| ISO 5479 | Statistical interpretation of data - Tests for departure from the normal distribution (1997) |
| ISO 5725-1 | Accuracy (trueness and precision) of measurement method and results - Part 1 General principles and definitions (1994) |
| ISO 5725-2 | Accuracy (trueness and precision) of measurement method and results - Part 2 Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method (1994) |

| | |
|---|---|
| ISO 5725-3 | Accuracy (trueness and precision) of measurement method and results - Part 3 Intermediate measures of the precision of a standard measurement method (1994) |
| ISO 5725-4 | Accuracy (trueness and precision) of measurement method and results - Part 4 Basic method for the determination of the trueness of a standard measurement method (1994) |
| ISO 5725-5 | Accuracy (trueness and precision) of measurement method and results - Part 5 Alternative methods for the determination of the precision of a standards measurement method (1998) |
| ISO 5725-6 | Accuracy (trueness and precision) of measurement method and result - Part 6 Use in practice of accuracy values (1994) |
| ISO 6142 | Gas analysis - Preparation of calibration gas mixtures - Gravimetric method |
| ISO 6143 | Gas analysis - Comparison method for determining and checking the composition of calibration gas mixtures |
| ISO 6144, ISO 6145-1, ISO/TR 14167, ISO/DIS 14912, etc. | Gas analysis - Volumetric methods and quality aspects (<i>several documents</i>) |
| ISO 6879 | Air quality - Performance characteristics and related concepts for air quality measuring methods (1995) |
| ISO 6974-1 | Natural gas - Determination of composition with defined uncertainty by gas chromatography - Part 1 Guidelines for tailored analysis |
| ISO 7574-1 to ISO 7574-4 | Acoustics - Statistical method for determining and verifying noise emission values of machinery and equipment (series of standards in 4 parts) |
| ISO 8466-1 | Water quality - Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics - Part 1 Statistical evaluation of the linear calibration function (1990) |
| ISO 8466-2 | Water quality - Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics - Part 2 Calibration strategy for non-linear second order calibration functions (1993) |
| ISO CD 7507-1 | Petroleum and liquid petroleum products - Calibration of vertical cylindrical tanks - Part 1 Strapping method |
| ISO DIS 11222 | Air quality - Determination of the uncertainty of the time average of air quality measurements |
| ISO DIS 14956 | Air quality - Evaluation of the suitability of a measurement procedure by comparison with a required measurement uncertainty |
| ISO TR 10017 | Guidance on statistical techniques for ISO 9001:1994 (1999) |
| ISO TR 13425 | Guide for the selection of statistical methods in standardization and specification (1995) |
| ISO TR 13530 | Water quality - Guide to analytical quality control for water analysis (1997) |
| ISO TR 13843 | Water quality - Guidance on validation of microbiological methods (2000) |
| ISO TR 20461 | Bestimmung der Messunsicherheit von Volumenmessungen nach dem geometrischen Verfahren |
| ISO/TR 5168 | Measurement of fluid flow - Evaluation of uncertainties |
| ISO/TR 7066-1 | Assessment of uncertainty in calibration and use of flow measurement devices - Part 1 Linear calibration relationships |
| M3003 (UKAS) | The expression of uncertainty and confidence in measurement |
| NEN 3114 | Accuracy of measurements - Terms and definitions (1990) |
| NEN 6303 | Vegetable and animal oils and fats - Determination of repeatability and reproducibility of methods of analysis by interlaboratory tests (1988, in Dutch) |
| NEN 7777 Draft | Environment - Performance characteristics of measurement methods (2001, in Dutch) |
| NEN 7778 Draft | Environment - Equivalence of measurement methods (2001, in Dutch) |
| FD V 03-116 | Analyse des produits agricoles et alimentaires. Guide d'application des données métrologiques (AFNOR) |
| NIST Technical Note 1297 | Guidelines for evaluating and expressing uncertainty of NIST measurement results |
| NKO-PR2.8 (EA-4/02, in Dutch) | Uitdrukken van de meetonzekerheid (vertaling van EAL-R2) (translation in Dutch of EAL-R2) |
| NPR 2813 (NEN, Netherlands) | Uncertainty of length measurement - Terms, definitions and guidelines |

| | |
|--|--|
| NPR 7779 Draft | Environment - Evaluation of the uncertainty of measurement results (2002, in Dutch) |
| prEN ISO 15011-1, prEN ISO 15011-2, prEN ISO 15011-3, EN ISO prEN 10882-1, EN ISO 10882-2 | Health and safety in welding and allied processes (CEN/TC 121/SC 9) |
| prEN ISO 8655-1 | prEN ISO 8655-1 Piston operated volumetric apparatus - Terms, prEN ISO 8655-1 - Piston operated volumetric apparatus - gravimetric test methods |
| prISO 11904-1 | Acoustics - Determination of sound immissions from sound sources placed close to the ears - Part 1 Technique using microphones in real ears (MIRE-technique) |
| SINAL DT-0002 | Guida per la valutazione e la espressione dell'incertezza nelle misurazioni |
| SINAL DT-0002/1 | Guida per la valutazione e la espressione dell'incertezza nelle misurazioni, esempi applicativi di valutazioni dell'incertezza nelle misurazioni elettriche |
| SINAL DT-0002/3 | Guida per la valutazione e la espressione dell'incertezza nelle misurazioni, avvertenze oer la valutaione dell'incertezza nel campo dell'analisi chimica |
| SINAL DT-0002/4 | Guida per la valutazione e la espressione dell'incertezza nelle misurazioni, esempi applicativi di valutazione dell'incertezza nelle misurazioni chimiche |
| SINAL DT-0002/4 | Guida per la valutazione e la espressione dell'incertezza nelle misurazioni, esempi applicativo per misurazioni su materiali strutturali |
| SIT Doc-519 | Introduzione ai criteri di valutazione dell'incertezza di misura nelle taratura |
| SIT/Tec-003/01 | Linea guida per la taraturadi bilance |
| TELARC Technical Guide Number 5 | Precision and Limits of Detection for Analytical Methods |
| UKAS Publ. ref: LAB12 | The Expression of Uncertainty in Testing |
| VDI 24449-Part 3 | Measurement methods test criteria - General methods for the determination of the uncertainty of calibratable measurement methods |
| VDI/BDE 2620 Entwurf | Unsichere Messungen und ihre Wirkungen auf das Messergebnis (Dez. 1998) |
| VDI/VDE 2622, B12 Entw | Kalibrieren von Messmitteln für elektrische Größen - Methoden zur Ermittlung der Messunsicherheit (Okt. 1999) |