



**Přesnost (správnost a shodnost) metod
a výsledků měření - Část 3: Mezilehlé míry
shodnosti normalizované metody měření**

**ČSN
ISO 5725-3**

01 0251

Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results - Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method

Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure - Partie 3: Mesures intermédiaires de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée

Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Meßverfahren und Meßergebnissen - Teil 3: Präzisionsmaße eines vereinheitlichten Meßverfahrens unter Zwischenbedingungen

Tato norma je identická s ISO 5725-3:1994.

This standard is identical with ISO 5725-3:1994.

Národní předmluva

Postupy uváděné v této normě se z velké části opírají o metody matematické statistiky. Proto se uživatelům doporučuje studovat tuto normu nejen společně s ČSN ISO 5725, část 1, která obsahuje obecné zásady, ale i spolu s ČSN ISO 3534, části 1 až 3, které obsahují základní definice z oblasti matematické statistiky, teorie pravděpodobnosti statistického řízení jakosti a navrhování experimentů.

Citované normy

ISO 3534-1 zavedena v ČSN ISO 3534-1 Statistika - Slovník a značky - Část 1: Pravděpodobnost a obecné statistické termíny (01 0216)

ISO 3534-2 zavedena v ČSN ISO 3534-2 Statistika - Slovník a značky - Část 2: Statistické řízení jakosti (01 0216)

ISO 3534-3 zavedena v ČSN ISO 3534-3 Statistika - Slovník a značky - Část 3: Navrhování experimentů (01 0216)

ISO 5725-1 zavedena v ČSN ISO 5725-1 Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření - Část 1: Obecné zásady a definice (01 0251)

ISO 5725-2 zavedena v ČSN ISO 5725-2 Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření - Část 2: Základní metoda pro stanovení opakovatelnosti a reprodukovatelnosti normalizované metody měření (01 0251)

ISO 5725-4 zavedena v ČSN ISO 5725-4 Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření - Část 4: Základní metody pro stanovení správnosti normalizované metody měření (01 0251)

ISO 5725-5 dosud nezavedena

ISO 5725-6 zavedena v ČSN ISO 5725-6 Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření - Část 6: Použití hodnot měř přesnosti v praxi (01 0251)

Nahrazení předchozích norem

Tato norma společně s ČSN ISO 5725-1, ČSN ISO 5725-2, ČSN ISO 5725-4 a ČSN ISO 5725-6 nahrazuje v plném rozsahu ČSN 01 0251 (eqv ISO 5725-1986) ze 17. 5. 1988.

Ó Český normalizační institut, 1996

20615

Strana 2

Vypracování normy

Zpracovatel: SVÚM, a. s., Praha, IČO 60193824, Jan Pivoňka

Technická normalizační komise: TNK 4 Aplikace statistických metod

Pracovník Českého normalizačního institutu: Ing. Zdeněk Rosa

Strana 3

MEZINÁRODNÍ NORMA
Přesnost (správnost a shodnost)
metod a výsledků měření -
Část 3: Mezilehlé míry shodnosti
normalizované metody měření

ISO 5725-3
1. vydání
1994-12-15

Deskriptory: measurement, tests, test results, accuracy, reproducibility, statistical analysis

Obsah	strana
1 Předmět normy	6
2 Normativní odkazy	7
3 Definice	7
4 Obecný požadavek	7
5 Důležité faktory	8
6 Statistický model	9
6.1 Základní model	9
6.2 Obecná střední hodnota m	9
6.3 Člen B	9
6.4 Složky B_0 , $B_{(1)}$, $B_{(2)}$ atd	10
6.5 Chyba e	10
7 Volba podmínek měření	11
8 Vnitrolaboratorní studie a analýza mezilehlých měř shodnosti	11
8.1 Nejjednodušší přístup	11
8.2 Alternativní metoda	12
8.3 Vliv podmínek měření na konečný zaznamenávaný výsledek	12
9 Mezilaboratorní studie a analýza mezilehlých měř shodnosti	13
9.1 Základní předpoklady	13
9.2 Nejjednodušší přístup	13
9.3 Hierarchické experimenty	13
9.4 Plně hierarchický experiment	13
9.5 Nepravidelný hierarchický experiment	14
9.6 Přidělení faktorů v hierarchickém návrhu experimentu	14
9.7 Porovnání hierarchického návrhu s postupy uvedenými v ISO 5725-2	15
9.8 Porovnání plně hierarchického návrhu experimentu a nepravidelného hierarchického návrhu experimentu	15
Přílohy	
A Značky a zkratky použité v ISO 5725	16
B Analýza rozptylu pro plně hierarchické experimenty	18
B.1 Třífaktorový plně hierarchický experiment	18
B.2 Čtyřfaktorový plně hierarchický experiment	19
C Analýza rozptylu pro nepravidelné hierarchické experimenty	21

C.1 Třífaktorový nepravidelný hierarchický experiment	21
C.2 Čtyřfaktorový nepravidelný hierarchický experiment	22
C.3 Pětifaktorový nepravidelný hierarchický experiment	23
C.4 Šestifaktorový nepravidelný hierarchický experiment	24

D Příklady statistické analýzy experimentů mezilehlé shodnosti	26
D.1 Příklad 1: Získání mezilehlé směrodatné odchylky shodnosti s rozdílnými časy a různými 26 operátory $s_{(TO)}$ uvnitř určité laboratoře na určité úrovni zkoušky	
D.2 Příklad 2: Získání mezilehlé směrodatné odchylky shodnosti s rozdílnými časy pomocí 27 mezilaboratorního experimentu	
E Literatura	33

Předmluva

ISO (Mezinárodní organizace pro normalizaci) je celosvětovou federací národních normalizačních orgánů (členů ISO). Na mezinárodních normách obvykle pracují technické komise ISO. Každý člen ISO, který se zajímá o předmět, pro který byla vytvořena technická komise, má právo být zastoupen v této komisi. Práce se zúčastňují i mezinárodní organizace, vládní i nevládní, s nimiž ISO navázala pracovní styk. ISO úzce spolupracuje s Mezinárodní elektrotechnickou komisí (IEC) ve všech záležitostech normalizace v elektrotechnice.

Návrhy mezinárodních norem přijaté technickými komisemi se rozesílají členům ISO k hlasování. Vydání mezinárodní normy vyžaduje souhlas alespoň 75 % z hlasujících členů.

Mezinárodní norma ISO 5725-3 byla připravena technickou komisí ISO/TC 69 *Aplikace statistických metod*, subkomise SC 6 *Metody a výsledky měření*.

Pod společným názvem *Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření* sestává ISO 5725 z následujících částí:

- Část 1: *Obecné zásady a definice*
- Část 2: *Základní metoda pro stanovení opakovatelnosti a reprodukovatelnosti normalizované metody měření*
- Část 3: *Mezilehlé míry shodnosti normalizované metody měření*
- Část 4: *Základní metody pro stanovení správnosti normalizované metody měření*
- Část 5: *Alternativní metody pro stanovení shodnosti normalizované metody měření*
- Část 6: *Použití hodnot měř přesnosti v praxi.*

ISO 5725, části 1 až 6 společně ruší a nahrazují ISO 5725:1986, která tím byla rozšířena tak, aby

pokryla i správnost (navíc ke shodnosti) a mezilehlé podmínky shodnosti (navíc k podmínkám opakovatelnosti a reprodukovatelnosti).

Přílohy A, B a C tvoří nedílnou součást této části ISO 5725. Přílohy D a E jsou pouze informativní.

Úvod

0.1 K popisu přesnosti metod měření používá ISO 5725 dvou termínů - „správnost“ a „shodnost“. „Správnost“ se týká těsnosti shody mezi aritmetickým průměrem velkého počtu výsledků zkoušek a skutečnou nebo přijatou referenční hodnotou. „Shodnost“ se týká těsnosti shody mezi výsledky zkoušek.

0.2 Obecné úvahy o těchto pojmech jsou uvedeny v ISO 5725-1, a proto se v této části ISO 5725 již neopakují. ISO 5725-1 je nutno studovat společně se všemi dalšími částmi ISO 5725 včetně této, protože podává základní definice a obecné zásady.

0.3 K variabilitě výsledků metody měření může přispívat mnoho odlišných faktorů (i když se nehledí na odlišnosti mezi zkušebními vzorky, které se pokládají za stejné); lze mezi ně zahrnout:

- a) operátora;
- b) použité zařízení;
- c) kalibraci zařízení;
- d) okolní podmínky (teplota, vlhkost, znečištění vzduchu, atd.);
- e) dávky chemických činidel;
- f) čas, který proběhne mezi měřeními.

Variabilita mezi měřeními provedenými různými operátory a/nebo pomocí různého zařízení bude obvykle větší než variabilita mezi měřeními, která provede týž operátor v rámci krátkého časového rozmezí pomocí téhož zařízení.

0.4 Pro popis variability metod měření se ukázalo nezbytné a pro mnoho praktických případů užitečné vymezit dvoje podmínky shodnosti nazývané podmínky opakovatelnosti a podmínky reprodukovatelnosti. Za podmínek opakovatelnosti se výše uvedené faktory a) až f) považují za konstantní a tudíž nepřispívají k variabilitě, zatímco za podmínek reprodukovatelnosti se uvedené faktory mění a tím přispívají k variabilitě výsledků zkoušek. Jsou tedy

podmínky opakovatelnosti a reprodukovatelnosti extrémní případy shodnosti; první popisuje nejmenší a druhý největší variabilitu výsledků. Lze si rovněž představit další podmínky mezi těmito extrémy, kdy se jeden nebo více z faktorů a) až f) může měnit a tyto mezilehlé podmínky se za určitých vymezených okolností používají.

Shodnost se obvykle vyjadřuje pomocí směrodatných odchylek.

0.5 Tato část ISO 5725 se zaměřuje na mezilehlé míry shodnosti metody měření. Tyto míry se nazývají mezilehlé, protože jejich velikost leží mezi dvěma extrémními mírami shodnosti metody měření, totiž mezi směrodatnými odchylkami opakovatelnosti a reprodukovatelnosti.

Jako ilustraci potřebnosti takovýchto mezilehlých měř shodnosti lze uvažovat činnost moderní laboratoře zapojené do výrobního závodu s třísměnným provozem, kde měření provádějí různí operátoři s různým zařízením. Tvoří tedy operátoři a zařízení některé z faktorů, které přispívají k variabilitě výsledků zkoušek. Při posuzování shodnosti metody měření je třeba vzít tyto faktory v úvahu.

0.6 Mezilehlé míry shodnosti definované v této části ISO 5725 jsou především užitečné, jestliže je jejich odhad součástí postupu, který směřuje k vývoji, normalizaci nebo dohledu nad používáním metody měření uvnitř laboratoře. Tyto míry lze rovněž odhadnout ve zvláště navržené mezilaboratorní studii, pak ale jejich interpretace a užití vyžaduje opatrnost z důvodů uvedených v 1.3 a 9.1.

0.7 Dále jsou uvedeny čtyři faktory, které nejčastěji ovlivňují shodnost.

- a) **Čas:** zda je časový interval mezi po sobě jdoucími měřeními dlouhý či krátký.
- b) **Kalibrace:** zda je či není na tomtéž zařízení prováděna rekaliibrace mezi po sobě následujícími skupinami měření.
- c) **Operátor:** zda po sobě jdoucí měření provádí tentýž operátor či zda je provádějí různí operátoři.
- d) **Zařízení:** zda se při měření používá téhož či odlišného zařízení (nebo zda se používají chemická činidla z týchž nebo z odlišných dávek).

0.8 Aby se vzaly v úvahu změny podmínek měření (čas, kalibrace, operátor a zařízení) uvnitř laboratoře, je tudíž výhodné zavést následující mezilehlé podmínky shodnosti s M různými faktory ($M = 1, 2, 3$ nebo 4).

- a) $M = 1$: pouze jeden ze čtyř uvedených faktorů je různý;

- b) $M = 2$: dva ze čtyř uvedených faktorů jsou různé;
- c) $M = 3$: tři ze čtyř uvedených faktorů jsou různé;
- d) $M = 4$: všechny čtyři faktory jsou různé.

Různé mezilehlé podmínky shodnosti vedou k různým mezilehlým směrodatným odchylkám shodnosti označovaným $s_{i(j)}$, přičemž uvnitř závorek se uvedou zkratky určitých podmínek. Tak například $s_{i(TO)}$ je mezilehlá směrodatná odchylka shodnosti s rozdílnými časy (T) a operátory (O).

0.9 Pro měření při mezilehlých podmínkách shodnosti je rozdílný jeden nebo více faktorů uvedených v 0.7. Při podmínkách opakovatelnosti se předpokládá konstantnost těchto faktorů.

Směrodatná odchylka výsledků zkoušek získaných za podmínek opakovatelnosti je obecně menší než směrodatná odchylka výsledků zkoušek získaných při mezilehlých podmínkách shodnosti. Při chemické analýze může obecně být směrodatná odchylka při mezilehlých podmínkách shodnosti dvakrát až třikrát větší, než směrodatná odchylka při podmínkách opakovatelnosti. Neměla by ovšem převýšit směrodatnou odchylku reprodukovatelnosti.

Jako příklad lze uvést, že při stanovení obsahu mědi v měděné rudě ukázal experiment zúčastněných 35 laboratoří, že směrodatná odchylka při mezilehlých podmínkách shodnosti s jedním rozdílným faktorem (tentýž operátor a totéž zařízení, ale rozdílný čas) byla 1,5 krát větší než směrodatná odchylka při podmínkách opakovatelnosti a to pro obě metody, kterými byly elektrolytická gravimetrie a titrace pomocí $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

1 Předmět normy

1.1 Tato část ISO 5725 stanovuje čtyři mezilehlé míry shodnosti prostřednictvím změn podmínek pozorování (čas, kalibrace, operátor a zařízení) uvnitř laboratoře. Tyto mezilehlé míry lze stanovit pomocí experimentu uvnitř určité laboratoře nebo pomocí mezilaboratorního experimentu.

Navíc tato část ISO 5725

- a) probírá důsledky definic mezilehlých měr shodnosti;
- b) uvádí návod pro interpretaci a použití odhadů mezilehlých měr shodnosti v praktických situacích;

c) neposkytuje žádné míry chyb odhadů mezilehlých měř shodnosti;

d) sama o sobě se netýká stanovení správnosti vlastní metody měření, avšak probírá vztah mezi správností a podmínkami měření.

-- Vynechaný text --