

2025

Přesnost (pravdivost a preciznost) metod a výsledků měření – ČSN
Část 3: Mezilehlá preciznost a alternativní návrhy pro společné studie ISO 5725-3

01 0251

Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results –
Part 3: Intermediate precision and alternative designs for collaborative studies

Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure –
Partie 3: Fidélité intermédiaire et plans alternatifs pour les études collaboratives

Tato norma je českou verzí mezinárodní normy ISO 5725-3:2023. Překlad byl zajištěn Českou agenturou pro standardizaci. Má stejný status jako oficiální verze.

This standard is the Czech version of the International Standard ISO 5725-3:2023. It was translated by the Czech Standardization Agency. It has the same status as the official version.

Národní předmluva

Informace o citovaných dokumentech

ISO 3534-1 zavedena v ČSN ISO 3534-1 (01 0216) Statistika – Slovník a značky – Část 1: Obecné statistické termíny a termíny používané v pravděpodobnosti

ISO 3534-2 zavedena v ČSN ISO 3534-2 (01 0216) Statistika – Slovník a značky – Část 2: Aplikovaná statistika

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

ISO Guide 33 nezavedena¹⁾

ISO 33403 zavedena v ČSN ISO 33403 (01 5244) Referenční materiály – Požadavky a doporučení pro použití

ISO Guide 35 nezavedena²⁾

ISO 33405 zavedena v ČSN ISO 33405 (01 5241) Referenční materiály – Přístupy pro charakterizaci a posouzení homogenity

Souvisící ČSN

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

ČSN ISO 5725-2:2022 (01 0251) Přesnost (pravdivost a preciznost) metod a výsledků měření – Část 2: Základní metoda pro stanovení opakovatelnosti a reprodukovatelnosti normalizované metody měření

ČSN ISO 5725-4 (01 0251) Přesnost (pravdivost a preciznost) metod a výsledků měření – Část 4: Základní metody pro stanovení pravdivosti normalizované metody měření

ČSN ISO 5725-5 (01 0251) Přesnost (pravdivost a preciznost) metod a výsledků měření – Část 5: Alternativní metody pro stanovení preciznosti normalizované metody měření

Vysvětlivky k textu této normy

V případě nedatovaných odkazů na evropské/mezinárodní normy jsou ČSN uvedené v člancích „Informace o citovaných dokumentech“ a „Souvisící ČSN“ nejnovějšími vydáními, platnými v době schválení této normy. Při používání této normy je třeba vždy použít taková vydání ČSN, která přejímají nejnovější vydání nedatovaných evropských/mezinárodních norem (včetně všech změn).

Upozornění na národní poznámky

Do této normy byly k článku 0.4, ke kapitolám B.2, C.2, C.4 a k přílohám D a F doplněny národní poznámky.

Vypracování normy

Zpracovatel odborného překladu: Jarošová, IČO 43703411

Technická normalizační komise: TNK 4 Aplikace statistických metod

Vydala: Česká agentura pro standardizaci, státní příspěvková organizace

Citované dokumenty a souvisící ČSN lze získat v e-shopu.

Česká agentura pro standardizaci je státní příspěvková organizace zřízená Úřadem pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví na základě ustanovení § 5 odst. 2 zákona č. 22/1997 Sb., o technických požadavcích na výrobky a o změně a doplnění některých zákonů, ve znění pozdějších předpisů.

ICS 03.120.30; 17.020

Obsah

Strana

Předmluva.....	
.....	5
Úvod	
.....	
.....	6
1..... Předmět normy.....	
.....	8
2..... Citované dokumenty.....	
.....	8
3..... Termíny a definice.....	
.....	9
4..... Značky.....	
.....	10
5..... Obecné požadavky.....	
.....	11
6..... Mezilehlé míry preciznosti normalizované metody měření.....	11
6.1..... Faktory a úrovně faktorů.....	
.....	11
6.1.1... Definice a příklady.....	
.....	11

6.1.2... Výběr relevantních faktorů.....	12
6.1.3... Náhodné a pevné efekty.....	12
6.1.4... Statistický model.....	13
6.2..... Vnitrolaboratorní studie a analýza měř mezilehlé preciznosti.....	14
6.2.1... Nejjednodušší přístup.....	14
6.2.2... Alternativní metoda.....	15
6.2.3... Vliv podmínek měření na konečný uváděný výsledek.....	15
7..... Hierarchický návrh.....	15
7.1..... Vyvážený úplně hierarchický návrh.....	15
7.2..... Nevyvážený hierarchický návrh.....	17
7.3..... Vyvážený částečně hierarchický návrh.....	18
7.4..... Návrh ortogonálního pole.....	18
8..... Návrh pro heterogenní materiál.....	20
8.1..... Aplikace návrhu pro heterogenní materiál.....	20
8.2..... Uspořádání návrhu pro heterogenní materiál.....	21

8.3..... Statistická analýza.....	21
9..... Návrh s dělenými úrovněmi.....	21
9.1..... Aplikace návrhu s dělenými úrovněmi.....	21
9.2..... Schéma návrhu s dělenými úrovněmi.....	23
9.3..... Statistická analýza.....	23
10..... Návrh pro různé úrovně.....	23
10.1.... Aplikace návrhu pro různé úrovně.....	23

10.2.... Schéma návrhu pro různé úrovně.....	23
10.3.... Statistická analýza.....	24
11..... Spolehlivost odhadu mezilaboratorních parametrů.....	24
11.1.... Spolehlivost odhadů preciznosti.....	24
11.2.... Spolehlivost odhadů celkové střední hodnoty.....	24
11.2.1 Obecně.....	24
11.2.2 Vyvážený úplně hierarchický návrh (2 faktory).....	24
11.2.3 Nevyvážený hierarchický návrh (2 faktory).....	24
11.2.4 Vyvážený částečně hierarchický návrh.....	24
11.2.5 Návrh ortogonálního pole.....	25
11.2.6 Návrh s dělenými úrovněmi.....	25
Příloha A (informativní) Úplně a částečně hierarchické návrhy.....	26
Příloha B (informativní) Analýza rozptylu pro vyvážený úplně hierarchický návrh.....	27
Příloha C (informativní) Analýza rozptylu pro nevyvážený hierarchický návrh.....	31
Příloha D (informativní) Analýza rozptylu pro vyvážený částečně hierarchický návrh.....	38
Příloha E (informativní) Statistický model pro experiment s heterogenním	

materiálem.....	41
Příloha F (informativní) Analýza rozptylu pro experiment s dělenými úrovněmi.....	42
Příloha G (informativní) Příklad experimentu s dělenými úrovněmi.....	43
Příloha H (informativní) Návrh napříč úrovněmi.....	46
Příloha I (informativní) Restriktivní maximální věrohodnost (REML).....	47
Příloha J (informativní) Příklad statistické analýzy pro experiment mezilehlé preciznosti.....	48
Příloha K (informativní) Příklad analýzy napříč úrovněmi.....	54
Bibliografie.....	56



DOKUMENT CHRÁNĚNÝ COPYRIGHTEM

© ISO 2023

Veškerá práva vyhrazena. Žádná část této publikace nesmí být, není-li specifikováno jinak nebo nepožaduje-li se to v souvislosti s její implementací, reprodukována nebo používána v jakémkoliv formě nebo jakýmkoliv způsobem, elektronickým ani mechanickým, včetně pořizování fotokopii nebo zveřejňování na internetu nebo intranetu, bez předchozího písemného souhlasu. O souhlas lze požádat buď ISO na níže uvedené adrese, nebo členskou organizaci ISO v zemi žadatele.

ISO copyright office

CP 401 · Ch. de Blandonnet 8

CH-1214 Vernier, Geneva

Tel.: + 41 22 749 01 11

E-mail: copyright@iso.org

Web: www.iso.org

Publikováno ve Švýcarsku

Předmluva

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

Postupy použité při tvorbě tohoto dokumentu a postupy určené pro jeho další udržování jsou popsány ve směrnících ISO/IEC, část 1. Zejména se má věnovat pozornost rozdílným schvalovacím kritériím potřebným pro různé druhy dokumentů ISO. Tento dokument byl vypracován v souladu s redakčními pravidly uvedenými ve směrnících ISO/IEC, část 2 (viz www.iso.org/directives).

ISO upozorňuje na možnost, že implementace tohoto dokumentu smí vyžadovat využití patentu (patentů). V souvislosti s tím ISO nezaujímá žádné stanovisko týkající se důkazů, platnosti nebo použitelnosti všech uplatňovaných patentových práv. Ke dni zveřejnění tohoto dokumentu ISO neobdržela oznámení o patentu (patentech), který smí být vyžadován pro implementaci tohoto dokumentu. ISO však upozorňuje implementující organizace, že se nemusí jednat o nejnovější informace, které lze získat z databáze patentů dostupné na adrese www.iso.org/patents. ISO nelze činit odpovědnou za identifikaci všech takových patentových práv.

Jakýkoliv obchodní název použitý v tomto dokumentu se uvádí jako informace pro usnadnění práce uživatelů a neznamena schválení.

Vysvětlení nezávazného charakteru technických norem, významu specifických termínů a výrazů ISO, které se vztahují k posuzování shody, jakož i informace o tom, jak ISO dodržuje principy Světové obchodní organizace (WTO) týkající se technických překážek obchodu (TBT), viz www.iso.org/iso/foreword.html.

Tento dokument vypracovala technická komise ISO/TC 69 *Aplikace statistických metod*, subkomise SC 6 *Metody a výsledky měření*.

Toto druhé vydání zrušuje a nahrazuje první vydání (ISO 5725-3:1994), které bylo technicky revidováno. Zahrnuje také opravu ISO 5725-3:1994/Cor.1:2001.

Hlavní změny jsou tyto:

- Do této verze bylo oproti předchozí verzi přidáno několik dalších experimentálních návrhů, některé z nich pocházejí z normy ISO 5725-5. Jde o ortogonální pole, návrh s dělenými oblastmi, návrhy pro heterogenní materiál vzorku a také návrhy napříč úrovněmi.
- Norma byla dále doplněna o úvahy týkající se výběru faktorů a modelování jejich efektů a o část, v níž se posuzuje spolehlivost odhadu různých parametrů mezilaboratorních zkoušek (střední hodnoty a parametrů preciznosti).

Seznam všech částí souboru ISO 5725 lze nalézt na webových stránkách ISO.

Jakákoli zpětná vazba nebo otázky týkající se tohoto dokumentu mají být adresovány národnímu normalizačnímu orgánu uživatele. Úplný seznam těchto orgánů lze nalézt na adrese www.iso.org/members.html.

Úvod

0.1 Norma ISO 5725 používá k popisu přesnosti metody měření dva termíny, „pravdivost“ a „preciznost“. „Pravdivost“ označuje stupeň shody mezi průměrnou hodnotou velkého počtu výsledků zkoušek a skutečnou nebo přijatou referenční hodnotou. „Preciznost“ označuje stupeň shody mezi výsledky zkoušek.

0.2 Obecné úvahy o těchto veličinách jsou uvedeny v normě ISO 5725-1 a zde se neopakují. Je třeba zdůraznit, že ISO 5725-1 poskytuje základní definice a že obecné zásady je třeba chápat v souvislosti se všemi ostatními částmi ISO 5725.

0.3 K variabilitě výsledků měřicí metody může přispívat mnoho různých faktorů (kromě heterogenity zkušebního materiálu), včetně:

- a) laboratoře;
- b) operátora;
- c) použitého vybavení;
- d) kalibrace vybavení;
- e) šarže činidla;
- f) doby, která uplynula mezi měřeními;
- g) prostředí (teplota, vlhkost, znečištění ovzduší atd.);
- h) dalších faktorů.

0.4 Pro popis variability metody měření byly shledány jako potřebné a v mnoha praktických případech užitečné dvě podmínky přesnosti, označované jako podmínky opakovatelnosti a reprodukovatelnosti. Za podmínek opakovatelnosti se všechny faktory uvedené v a) až h) článku 0.3 považují za konstantní, zatímco za podmínek reprodukovatelnosti se všechny faktory mohou měnit a přispívat k variabilitě výsledků zkoušek. Opakovatelnost a reprodukovatelnost jsou tedy dva extrémy preciznosti, přičemž první popisuje minimální a druhý maximální variabilitu výsledků (NP1). Mezi těmito dvěma krajními podmínkami preciznosti se mohou vyskytnout i mezilehlé podmínky, kdy se může měnit jeden nebo více faktorů uvedených v b) až g).

Pro ilustraci potřeby zohlednit při validaci metody mezilehlé podmínky lze uvažovat činnost moderní laboratoře spojené s výrobním závodem, kde je například třísměnný provoz a kde měření provádějí různí operátoři s různým vybavením. Operátoři a vybavení pak představují některé z faktorů přispívajících k variabilitě výsledků zkoušek.

Směrodatná odchylka výsledků zkoušek získaných za podmínek opakovatelnosti je obecně menší než odchylka získaná za podmínek mezilehlé preciznosti. Obecně platí, že v chemické analýze může být směrodatná odchylka za podmínek mezilehlé preciznosti dvakrát až třikrát větší než směrodatná odchylka za podmínek opakovatelnosti. Nemůže samozřejmě překročit směrodatnou odchylku reprodukovatelnosti.

Jako příklad lze uvést stanovení mědi v měděné rudě, kdy studie provedená ve spolupráci 35

laboratoří ukázala, že směrodatná odchylka za podmínek mezilehlé preciznosti (v různých časech) byla 1,5krát větší než za podmínek opakovatelnosti, a to jak u elektrolytické gravimetrie, tak u titrační metody $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

0.5 Tento dokument se zaměřuje na mezilehlou preciznost a alternativní návrhy pro společné studie metody měření. Kromě stanovení měř mezilehlé preciznosti patří mezi cíle těchto alternativních návrhů snížení počtu požadovaných měření, zvýšení spolehlivosti odhadů preciznosti a celkové střední hodnoty a zohlednění heterogenity zkušebního materiálu.

Úplně hierarchický experiment s t faktory se dvěma úrovněmi (uvnitř každé laboratoře je $t - 1$ faktorů) a dvěma replikacemi při každém nastavení vyžaduje $2 \times 2^{t-1}$ výsledků testů z každé laboratoře, což může být pro laboratoře příliš náročné. Proto se v předchozí verzi normy ISO 5725-3 uvažoval také nevyvážený hierarchický návrh. Odhad parametrů preciznosti je sice u nevyváženého návrhu složitější a podléhá větší nejistotě, ale snižuje se pracovní náročnost. Tento dokument nabízí alternativní strategie pro snížení pracovní náročnosti, aniž by byla zmenšena spolehlivost odhadů preciznosti.

Pokud jde o speciální návrhy pro heterogenní materiál, byly diskutovány v předchozí verzi normy ISO 5725-5. Přesto je vhodné věnovat otázce těchto návrhů experimentu jednu část této normy.

0.6 Opakovatelnost stanovená podle normy ISO 5725-2 se vypočítá jako průměrná hodnota ze všech zúčastněných laboratoří. Možnost jejího použití pro účely kontroly kvality závisí na tom, zda lze považovat směrodatnou odchylku opakovatelnosti za konstantní ve všech laboratořích. Z tohoto důvodu je důležité získat informace o tom, jak se směrodatná odchylka opakovatelnosti mění za různých podmínek v rámci laboratoří a mezi laboratořemi.

0.7 V mnoha společných studiích je variabilita mezi laboratořemi v porovnání s opakovatelností velká a bylo by užitečné a) rozložit ji na několik různých složek preciznosti, b) pokud možno omezit některé zdroje variability způsobené podmínkami mezilehlé preciznosti. Toho lze dosáhnout identifikací faktorů (např. času, kalibrace, obsluhy nebo vybavení), které přispívají k variabilitě podmínek měření mezilehlé preciznosti, kvantifikací příslušných složek variability a pokud možno snížením jejich podílu. Tímto způsobem se zvětší složka celkové variability odpovídající mezilehlé preciznosti, zatímco mezilaboratorní složka celkového rozptylu se sníží. Uvažují se pouze náhodné efekty: pevný efekt faktoru má smysl uvažovat až po provedení studie optimalizace metody nebo kalibrace. V této normě se zohledňují různé vztahy mezi faktory, např. zda je určitý faktor vnořen do jiného faktoru či nikoli.

0.8 Odhady preciznosti a celkové střední hodnoty podléhají náhodné variabilitě. Proto je důležité určit nejistotu spojenou s každým odhadem a pochopit vztahy mezi touto nejistotou, počtem účastníků a návrhem. Jsou-li tyto vztahy objasněny, je možné mnohem informovaněji rozhodovat o počtu účastníků a návrhu experimentu.

0.9 Za předpokladu, že k variabilitě přispívají různé faktory, může se po stanovení příslušných složek preciznosti snížit požadovaný počet zúčastněných laboratoří, protože lze očekávat, že variabilita mezi laboratořemi bude méně významná. Důrazně se však doporučuje, aby byl počet zúčastněných laboratoří přiměřený pro zajištění realistického posouzení celkové variability metody odpovídající běžným provozním podmínkám.

0.10 U návrhu s jednotnými úrovněmi podle části 2 této normy existuje riziko, že operátor nezabrání tomu, aby výsledek měření na jednom vzorku ovlivnil výsledek následného měření na jiném vzorku téhož materiálu, což způsobí vychýlení odhadů směrodatných odchylek opakovatelnosti a reprodukovatelnosti. Pokud se toto riziko považuje za závažné, lze upřednostnit návrh s dělenými úrovněmi popsany v tomto dokumentu, jímž se dané riziko snižuje. Je třeba dbát na to, aby oba materiály použité pro určitou úroveň zkoušky byly dostatečně podobné, aby bylo možné očekávat stejné míry preciznosti (neboli složka preciznosti odpovídající určitému faktoru by měla být v celé řadě podobných matric stejná).

0.11 Návrh experimentu uvedený v normě ISO 5725-2 vyžaduje před provedením experimentu přípravu několika stejných vzorků materiálu. U heterogenních materiálů to nemusí být možné, takže použití základní metody vede k odhadům směrodatné odchylky reprodukovatelnosti, které jsou nadhodnocené o rozdíly mezi vzorky. Návrh pro heterogenní materiál uvedený v tomto dokumentu poskytuje informace o variabilitě mezi vzorky, které nelze získat základní metodou; lze jej použít k výpočtu odhadu reprodukovatelnosti, z něhož byla odstraněna variabilita mezi vzorky.

1 Předmět normy

Tento dokument obsahuje:

- a) popis alternativních návrhů experimentu pro stanovení měr pravdivosti a preciznosti, včetně reprodukovatelnosti, opakovatelnosti a vybraných měr mezilehlé preciznosti normalizované metody měření, doplněných přehledem podmínek, za nichž je jejich použití nezbytné nebo přínosné, pokyny k interpretaci a použití výsledných odhadů, a
- b) pracovní příklady s konkrétními návrhy a výpočty.

Každý z alternativních návrhů popsanych v tomto dokumentu je určen k řešení některého (nebo některých) z následujících problémů:

- a) diskuse o důsledcích definic mezilehlých měr preciznosti;
- b) návod k interpretaci a použití odhadů mezilehlých měr preciznosti v praktických situacích;
- c) stanovení reprodukovatelnosti, opakovatelnosti a vybraných měr mezilehlé preciznosti;
- d) zlepšené¹⁾ stanovení reprodukovatelnosti a dalších měr preciznosti;
- e) zlepšení odhadu střední hodnoty vzorku;
- f) stanovení směrodatných odchylek interní opakovatelnosti;
- g) stanovení dalších složek preciznosti, jako je variabilita operátora;
- h) stanovení spolehlivosti odhadů preciznosti;
- i) snížení minimálního počtu zúčastněných laboratoří optimalizací spolehlivosti odhadů preciznosti;
- j) předejití vychýleným odhadům opakovatelnosti (návrhy s dělenými úrovněmi);
- k) předejití vychýleným odhadům reprodukovatelnosti (s ohledem na heterogenitu materiálu).

Často byla účinnost metody, jejíž preciznost je hodnocena ve společné studii, posouzena již dříve ve validační studii laboratoře, která metodu vyvinula. V této předcházející studii jedné laboratoře byly identifikovány relevantní faktory pro stanovení mezilehlé preciznosti.

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.

1) TNI POKYN ISO 33, která přejímala ISO Guide 33, byla zrušena z důvodu nahrazení mezinárodní normy novějším vydáním ISO 33403 a je dostupná v zákaznickém centru ČAS.

- 2) TNI POKYN ISO 35, která přejímala ISO Guide 35, byla zrušena z důvodu nahrazení mezinárodní normy novějším vydáním ISO 33405 a je dostupná v zákaznickém centru ČAS.

NP1) NÁRODNÍ POZNÁMKA Interpretace reprodukovatelnosti jako celkové variability metody měření, používaná v normách řady ISO 5725, se liší od interpretace používané např. v MSA, kde opakovatelnost i reprodukovatelnost jsou složky celkové variability metody měření.

- 1) Umožňující redukci počtu laboratoří.