



**Ropné výrobky - Stanovení a využití
údajů shodnosti ve vztahu
ke zkušebním metodám**

Leden 1998

**ČSN
EN ISO O 4259**

65 6003

Petroleum products - Determination and application of precision data in relation to methods of test

Produits pétroliers - Détermination et application des valeurs de fidélité relatives aux méthodes d'essai

Mineralölerzeugnisse - Bestimmung und Anwendung der Werte für die Präzision von Prüfverfahren

Tato norma je identická s EN ISO 4259:1995. Evropská norma EN ISO 4259:1995 má status české technické normy.

This standard is identical with the European Standard EN ISO 4259:1995. The European Standard EN ISO 4259:1995 has the status of a Czech Standard.

Nahrazení předchozích norem

Tato norma nahrazuje ČSN EN ISO 4259:1995 (65 6003) z března 1997.

Změny proti předchozí normě

Proti předchozí normě dochází ke změně způsobu převzetí EN ISO 4259:1995 do soustavy norem ČSN.

Zatímco ČSN EN ISO 4259:1995 z března 1997 převzala EN ISO 4259:1995 schválením k přímému používání jako ČSN, tato norma ji přejímá překladem.

© Český normalizační institut, 1997

26558

Národní předmluva

Citované normy

ISO 5725:1986 nahrazena ISO 5725 části 1 až 6:1994

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

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

ISO 5725-3 zavedena v ČSN ISO 5725 Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření - Část 3: Mezilehlé míry shodnosti normalizované metody měření (01 0251)

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

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

Další souvisící normy

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

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

ČSN ISO 3534-4 Statistika - Slovník a značky. Část 3: Navrhování experimentů (01 0216)

Informační údaje z ISO 4259:1992

Toto druhé vydání ruší a nahrazuje první vydání (ISO 4259:1979). Představuje jeho technickou revizi.

Významné změny ve srovnání s prvním vydáním zahrnují:

Nezávislost opakovaných výsledků (článek 3.17)

Skryté kódování ve vztahu k opakovaným výsledkům (články 3.4, 4.4)

Hladina pravděpodobnosti pro shodnost (články 3.17, 3.19, 6.2.3)

Postup transformace (článek 5.1, příloha E, příloha F)

Hawkinsův test pro odlehle hodnoty (články 5.2.2, 5.5, kapitola C.5)

Kritéria pro zamítnutí všech dat z jednoho vzorku (článek 5.3)

Test poměru rozptyl/strannost mezi laboratořemi (články 6.1.4, 6.2.3.2, kapitola C.6) Vzorec pro přijatelnost výsledků/konfidenční meze (kapitola 7, příloha H)

Specifikace, které zahrnují stanovený stupeň kritičnosti (článek 8.1, příloha J)

ISO 4259 se odkazuje na ISO 3534 *Statistika - Slovník a značky* (Statistics - Vocabulary and symbols) která definuje jinak pojem „pravá hodnota“ (viz článek 3.24). ISO 4259 též odkazuje na ISO 5725

Vzájemná shoda výsledků zkušebních metod. Stanovení opakovatelnosti a reprodukovatelnosti normalizované zkušební metody pomocí mezilaboratorních zkoušek (Precision of test methods - Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests). Použití této normy bude potřebné za zvláštních a neobvyklých okolností (viz článek 5.1) pro odhad shodnosti.

Přílohy A, C, D, E, F a G tvoří nedílnou součást této mezinárodní normy. Přílohy B, H a J jsou pouze informativní.

Poznámky k překladu

Druhé vydání ISO 4259:1992 platí pro ropné výrobky. Při přejímání EN ISO 4259:1995 bylo sjednoceno názvosloví s ČSN ISO 3534-1(1994) a ČSN ISO 3534-2(1994).

Vypracování normy

Zpracovatel: Benzina a.s., odbor pro ISO 9000, DIČ 008-60193328, Miroslav Černý

Překlad: Suprocet Praha, DIČ 008-340101098, Ing. Ota Tománek

Pracovník Českého normalizačního institutu: Ing. Emilie Exnerová

Strana 3

**EVROPSKÁ NORMA
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE
EUROPÄISCHE NORM**

**EN ISO 4259
Srpen 1995**

ICS 75.080

Deskriptory: petroleum products, test results, accuracy, rules of calculation, reproducibility

**Ropné výrobky - Stanovení a využití údajů shodnosti ve vztahu ke zkušebním metodám
(ISO 4259:1992/Cor 1:1993)**

Petroleum products - Determination and application of precision data in relation to methods of test
(ISO 4259:1992/Cor 1:1993)

Produits pétroliers - Détermination et application des valeurs de fidélité relatives aux méthodes
d'essai (ISO 4259:1992/Cor 1:1993)

Mineralölerzeugnisse - Bestimmung und Anwendung der Werte für die Präzision von Prüfverfahren
(ISO 4259:1992/Cor 1:1993)

Tato evropská norma byla schválena CEN 1995-07-06. Členové CEN jsou povinni splnit Vnitřní předpisy CEN/CENELEC, v nichž jsou stanoveny podmínky, za kterých se této evropské normě bez jakýchkoli modifikací uděluje status národní normy.

Aktualizované seznamy a bibliografické citace týkající se těchto národních norem lze vyžádat v Ústředním sekretariátu nebo u kteréhokoliv člena CEN.

Tato evropská norma existuje ve třech oficiálních verzích (anglické, francouzské, německé). Verze v každém jiném jazyce přeložená členem CEN do jeho vlastního jazyka, za kterou odpovídá a kterou notifikuje Ústřednímu sekretariátu, má stejný status jako oficiální verze.

Členy CEN jsou národní normalizační orgány Belgie, Dánska, Finska, Francie, Irska, Islandu, Itálie, Lucemburska, Německa, Nizozemska, Norska, Portugalska, Rakouska, Řecka, Spojeného království, Španělska, Švédska a Švýcarska.

CEN

Evropská komise pro normalizaci

European Committee for Standardization

Comité Européen de Normalisation

Europäisches Komitee für Normung

Ústřední sekretariát: rue de Stassart 36, B-1050 Brussels

Předmluva

Text mezinárodní normy vypracovaný ISO/TC 28 *Ropné výrobky a maziva* a Mezinárodní organizace pro normalizaci (ISO) byl převzat jako evropská norma technickou komisí CEN/TC 19 *Ropné výrobky, maziva a příbuzné výrobky*.

Této evropské normě se nejpozději do února 1996 uděluje status národní normy, a to buď vydáním identického textu, nebo schválením k přímému používání, a národní normy, které jsou s ní v rozporu, se zruší nejpozději do února 1996.

V souladu s Vnitřními předpisy CEN/CENELEC jsou níže uvedené členské země povinny tuto evropskou normu převzít: Belgie, Dánsko, Finsko, Francie, Irsko, Island, Itálie, Lucembursko, Německo, Nizozemsko, Norsko, Portugalsko, Rakousko, Řecko, Spojené království, Španělsko, Švédsko a Švýcarsko.

Oznámení o schválení

Text mezinárodní normy ISO 4259:1992/Cor 1:1993 byl schválen CEN jako evropská norma bez jakýchkoliv modifikací.

Obsah	strana
Úvod	5
1 Předmět normy	5
2 Normativní odkazy	5
3 Termíny a definice	5
4 Etapy při plánování programu mezilaboratorní zkoušky pro stanovení shodnosti zkušební metody	8
4.1 Příprava návrhu zkušební metody	8
4.2 Plánování ověřovacího programu nejméně se dvěma laboratořemi	8
4.3 Plánování mezilaboratorního programu	8
4.4 Provedení mezilaboratorního programu	9
5 Kontrola homogenity výsledků mezilaboratorních zkoušek a výskyt odlehlých výsledků	9
5.1 Transformace dat	10
5.2 Testy na odlehlé výsledky	11
5.3 Vyloučení všech dat u vzorku	13
5.4 Odhad chybějících nebo vyloučených hodnot	15
5.5 Test pro vyloučení odlehlých laboratoří	15
5.6 Potvrzení vybrané transformace	16
6 Analýza rozptylu a výpočet odhadů shodnosti	16
6.1 Analýza rozptylu	16
6.2 Očekávaná hodnota průměrných čtverců a výpočet odhadů shodnosti	19
6.3 Kapitola o shodnosti v předpisu zkušební metody	22
7 Význam opakovatelnosti r a reprodukovatelnosti R , jak byly diskutovány v předchozích kapitolách	22
7.1 Opakovatelnost r	22
7.2 Reprodukovatelnost R	23
8 Specifikace	24
8.1 Účel specifikací	24
8.2 Konstrukce specifikací	25

9	Řízení jakosti ve vztahu ke specifikacím	25
9.1	Testování přijatelnosti u dodavatele	25
9.2	Testování přijatelnosti u příjemce	26

Strana 5

10	Pravidla pro přijetí nebo zamítnutí v případě sporu	26
	Přílohy	
A (Normativní)	Stanovení počtu požadovaných vzorků	28
B (Informativní)	Odvození vzorce pro výpočet počtu požadovaných vzorků	29
C (Normativní)	Symboly a testy	30
D (Normativní)	Příklad obsahující výsledky stanovení bromového čísla a statistické tabulky	34
E (Normativní)	Typy závislosti a odpovídající transformace	41
F (Normativní)	Vážená lineární regresní analýza	44
G (Normativní)	Pravidla pro zaokrouhlování výsledků	49
H (Informativní)	Vysvětlivky ke vzorcům v kapitole 7	50
J (Informativní)	Specifikace, které se vztahují na stanovený stupeň kritičnosti	52
	Bibliografie	55

Úvod

Pro účely řízení jakosti a pro kontrolu shody se specifikacemi jsou vlastnosti komerčních ropných výrobků posuzovány normalizovanými laboratorními zkušebními metodami. Dvě nebo více měření téže vlastnosti určitého vzorku jakoukoli zkušební metodou obvykle neposkytnou přesně tentýž výsledek. Je proto nezbytné věnovat zvláštní pozornost právě této skutečnosti tak, že se dospěje k odhadům shodnosti metody na statistickém základě, tj. k objektivní míře stupně souhlasu, který lze očekávat mezi dvěma nebo více výsledky získanými za předepsaných podmínek.

1 Předmět normy

Tato mezinárodní norma obsahuje výpočet odhadů shodnosti a jejich aplikaci na specifikace. Zvláště obsahuje definice odpovídajících statistických termínů (kapitola 3), postupy, které je třeba přijmout při plánování programů mezilaboratorních zkoušek s cílem stanovit shodnost zkušební metody (kapitola 4), metodu výpočtu shodnosti z výsledků získaných v rámci těchto programů (kapitoly 5 a 6) a postup, kterým je třeba provádět interpretaci laboratorních výsledků ve vztahu jak ke shodnosti metod, tak i k mezím stanoveným specifikacemi (kapitoly 7 až 10).

Je třeba zdůraznit, že postupy v této mezinárodní normě jsou navrženy výhradně pro metody zkoušení ropných výrobků. Obecně lze říci, že tyto výrobky jsou homogenní a při jejich vzorkování za normálních okolností nevznikají závažné problémy. Proto by nebylo vhodné uvažovat o širším použití těchto postupů, např. pro heterogenní pevné látky.