

|            |  |   |
|------------|--|---|
| <b>STN</b> | <b>Ropné výrobky a príbuzné výrobky<br/>Zhodnosť metód merania a výsledkov merania<br/>Časť 1: Určovanie údajov zhodnosti<br/>vo vzťahu k skúšobným metódam<br/>(ISO 4259-1: 2017)</b> | <b>STN<br/>EN ISO 4259-1</b><br><br>65 6004 |
|------------|--|---|

Petroleum and related products  
Precision of measurement methods and results  
Part 1: Determination of precision data in relation to methods of test

Produits pétroliers et connexes  
Fidélité des méthodes de mesure et de leurs résultats  
Partie 1: Détermination des valeurs de fidélité relatives aux méthodes d'essai

Mineralölzeugnisse  
Präzision von Messverfahren und Ergebnissen  
Teil 1: Bestimmung der Werte für die Präzision von Prüfverfahren

Táto norma je slovenskou verziou európskej normy EN ISO 4259-1: 2017.  
Preklad zabezpečil Úrad pre normalizáciu, metrológiu a skúšobníctvo Slovenskej republiky.  
Táto norma má rovnaké postavenie, ako majú oficiálne verzie.

This standard is the Slovak version of the European Standard EN ISO 4259-1: 2017.  
It was translated by Slovak Office of Standards, Metrology and Testing.  
It has the same status as the official versions.

#### **Nahradenie predchádzajúcich noriem**

Táto norma nahrádza anglickú verziu STN EN ISO 4259-1 z júla 2018, ktorá spolu s anglickou verziou STN EN ISO 4259-2 z júla 2018 od 1. 7. 2018 nahradila STN EN ISO 4259 z apríla 2007 v celom rozsahu.

**129088**

---

Úrad pre normalizáciu, metrológiu a skúšobníctvo Slovenskej republiky, 2019  
Slovenská technická norma a technická normalizačná informácia je chránená zákonom č. 60/2018 Z. z. o technickej normalizácii.

## Národný predhovor

Obrázky v tejto norme sú prevzaté z elektronických podkladov dodaných z CEN, ©2017 CEN, ref. č. EN ISO 4259-1: 2017 E.

Táto norma obsahuje jednu národnú poznámku.

### Normatívne referenčné dokumenty

Nasledujúce dokumenty, celé alebo ich časti, sú v tomto dokumente normatívnymi odkazmi a sú nevyhnutné pri jeho používaní. Pri datovaných odkazoch sa použije len citované vydanie. Pri nedatovaných odkazoch sa použije najnovšie vydanie citovaného dokumentu (vrátane všetkých zmien).

POZNÁMKA 1. – Ak bola medzinárodná publikácia zmenená spoločnými modifikáciami, čo je indikované označením (mod), použije sa príslušná EN/HD.

POZNÁMKA 2. – Aktuálne informácie o platných a zrušených STN možno získať na webovej stránke [www.unms.sk](http://www.unms.sk).

ISO 5725-2 zavedená v STN ISO 5725-2 Presnosť (správnosť a zhodnosť) metód a výsledkov merania. Časť 2: Základná metóda stanovenia opakovateľnosti a reprodukovateľnosti normalizovanej metódy merania (01 0251)

### Vypracovanie normy

Spracovateľ: Mgr. Daša Borovská, Bratislava

Technická komisia: TK 50 Ropa, plynné a kvapalné palivá, ostatné výrobky z ropy a palivá z obnoviteľných zdrojov

**Ropné výrobky a príbuzné výrobky  
Zhodnosť metód merania a výsledkov merania  
Časť 1: Určovanie údajov zhodnosti vo vzťahu k skúšobným metódam  
(ISO 4259-1: 2017)**

Petroleum and related products  
Precision of measurement methods and results  
Part 1: Determination of precision data in relation to methods of test  
(ISO 4259-1: 2017)

Produits pétroliers et connexes  
Fidélité des méthodes de mesure  
et de leurs résultats  
Partie 1: Détermination des valeurs  
de fidélité relatives aux méthodes d'essai  
(ISO 4259-1: 2017)

Mineralölerzeugnisse  
Präzision von Messverfahren  
und Ergebnissen  
Teil 1: Bestimmung der Werte  
für die Präzision von Prüfverfahren  
(ISO 4259-1: 2017)

Túto európsku normu schválil CEN 27. októbra 2017.

Členovia CEN sú povinní plniť vnútorné predpisy CEN/CENELEC, v ktorých sú určené podmienky, za ktorých sa tejto európskej norme bez akýchkoľvek zmien priznáva postavenie národnej normy. Aktualizované zoznamy a bibliografické odkazy týkajúce sa takýchto národných noriem možno na požiadanie dostať od Riadiaceho strediska CEN-CENELEC alebo od každého člena CEN.

Táto európska norma existuje v troch oficiálnych verziách (anglickej, francúzskej, nemeckej). Verzia v akomkoľvek inom jazyku, ktorú na vlastnú zodpovednosť vydal člen CEN v preklade do národného jazyka a ktorá bola oznámená Riadiacemu stredisku CEN-CENELEC, má rovnaké postavenie, ako majú oficiálne verzie.

Členmi CEN sú národné normalizačné organizácie Belgicka, Bulharska, Bývalej juhoslovanskej republiky Macedónsko, Cypru, Česka, Dánska, Estónska, Fínska, Francúzska, Grécka, Holandska, Chorvátska, Írska, Islandu, Litvy, Lotyšska, Luxemburska, Maďarska, Malty, Nemecka, Nórska, Poľska, Portugalska, Rakúska, Rumunská, Slovenska, Slovinska, Spojeného kráľovstva, Srbska, Španielska, Švajčiarska, Švédsko, Talianska a Turecka.

## **CEN**

Európsky výbor pre normalizáciu  
European Committee for Standardization  
Comité Européen de Normalisation  
Europäisches Komitee für Normung

**Riadiace stredisko CEN-CENELEC: Rue de la Science 23, B-1040 Brusel**

**Obsah**

strana

|   |    |
|---|----|
| <b>Európsky predhovor</b> .....   | 6  |
| <b>Úvod</b> .....   | 6  |
| <b>1</b> Predmet normy .....  | 7  |
| <b>2</b> Normatívne odkazy .....  | 7  |
| <b>3</b> Termíny a definície .....  | 7  |
| <b>4</b> Etapy plánovania programu medzilaboratórnej skúšky na určovanie zhodnosti skúšobnej metódy ..... | 10 |
| <b>4.1</b> Všeobecne .....  | 10 |
| <b>4.2</b> Príprava návrhu skúšobnej metódy .....   | 10 |
| <b>4.3</b> Plánovanie pilotného programu najmenej s dvomi laboratóriami .....                             | 10 |
| <b>4.4</b> Plánovanie ILS .....   | 10 |
| <b>4.5</b> Realizácia ILS .....   | 11 |
| <b>5</b> Štatistické spracovanie výsledkov ILS .....  | 12 |
| <b>5.1</b> Všeobecné odporúčania .....  | 12 |
| <b>5.2</b> Predbežný skrining použitím techniky GESD .....  | 13 |
| <b>5.3</b> Transformácia údajov a testy na odľahlé hodnoty .....  | 13 |
| <b>5.3.1</b> Všeobecne .....  | 13 |
| <b>5.3.2</b> Identifikácia odľahlých hodnôt po predbežnom skriningu .....                                 | 16 |
| <b>5.3.3</b> Homogénnosť opakovateľnosti .....  | 16 |
| <b>5.3.4</b> Homogénnosť reprodukovateľnosti .....  | 16 |
| <b>5.4</b> Vylúčenie všetkých údajov jednej vzorky (zo všetkých laboratórií) .....                        | 16 |
| <b>5.5</b> Odhad chýbajúcich alebo vylúčených hodnôt .....  | 17 |
| <b>5.5.1</b> Jedna z dvoch opakovaných hodnôt chýba alebo je vylúčená .....                               | 17 |
| <b>5.5.2</b> Obidve opakované hodnoty chýbajú alebo sú vylúčené .....                                     | 17 |
| <b>5.6</b> Vylúčenie odľahlých laboratórií .....  | 17 |
| <b>5.7</b> Potvrdenie zvolenej transformácie .....  | 17 |
| <b>5.7.1</b> Všeobecne .....  | 17 |
| <b>5.7.2</b> Identifikácia vzoriek s nadmerným vplyvom .....  | 18 |
| <b>6</b> Analýza rozptylu, výpočet a vyjadrovanie odhadov zhodnosti .....                                 | 18 |
| <b>6.1</b> Všeobecne .....  | 18 |
| <b>6.2</b> Analýza rozptylu .....   | 18 |
| <b>6.2.1</b> Zostavenie súm štvorcov vzájomného pôsobenia laboratóriá × vzorky .....                      | 18 |
| <b>6.2.2</b> Zostavenie sumy štvorcov na presnú analýzu rozptylu .....                                    | 19 |
| <b>6.2.3</b> Počet stupňov voľnosti .....   | 19 |
| <b>6.2.4</b> Výberový rozptyl a analýza rozptylu .....  | 19 |
| <b>6.3</b> Pravdepodobnosť výberových rozptylov a výpočet odhadov zhodnosti .....                         | 20 |

|  |   |           |
|--|---|-----------|
| 6.3.1  | Pravdepodobnosť výberových rozptylov bez odhadnutých hodnôt.....  | 20        |
| 6.3.2  | Pravdepodobnosť výberových rozptylov s odhadnutými hodnotami..... | 20        |
| 6.3.3  | Výpočet odhadov zhodnosti .....                                   | 21        |
| 6.4  | Vyjadrovanie odhadov zhodnosti skúšobnej metódy .....             | 22        |
| 6.5  | Špecifikácia rozsahu skúšobnej metódy .....                       | 23        |
| 7  | Pomer $R/r$ .....   | 24        |
| <b>Príloha A (normatívna) – Stanovenie potrebného počtu vzoriek .....</b>  |   | <b>25</b> |
| <b>Príloha B (informatívna) – Odvodenie vzťahu na odhad počtu laboratórií a počtu vzoriek potrebných na dosiahnutie minimálne 30 stupňov voľnosti.....</b> |   | <b>26</b> |
| <b>Príloha C (normatívna) – Označovanie a skúšky .....</b>   |   | <b>28</b> |
| <b>Príloha D (normatívna) – Ukážka postupov využívajúcich výsledky určovania brómového čísla v rámci ILS a štatistické tabuľky .....</b>                   |   | <b>33</b> |
| <b>Príloha E (normatívna) – Typy závislosti a zodpovedajúce transformácie .....</b>  |   | <b>51</b> |
| <b>Príloha F (normatívna) – Váhová lineárna regresná analýza .....</b>   |   | <b>57</b> |
| <b>Príloha G (normatívna) – Pravidlá zaokrúhľovania.....</b>   |   | <b>63</b> |
| <b>Príloha H (normatívna) – Metodika GESD na simultánnu identifikáciu viacerých odľahlých hodnôt v súbore údajov .....</b>                                 |   | <b>64</b> |
| <b>Príloha I (informatívna) – Slovník.....</b>   |   | <b>71</b> |
| <b>Literatúra .....</b>  |   | <b>75</b> |

## Európsky predhovor

Tento dokument (EN ISO 4259-1: 2017) pripravila technická komisia ISO/TC 28 Ropné výrobky a príbuzné výrobky, palivá a mazivá z prírodných alebo syntetických zdrojov v spolupráci s technickou komisiou CEN/TC 19 Plynné a kvapalné palivá, mazivá a príbuzné výrobky z ropy syntetického alebo biologického pôvodu, ktorej sekretariát je v NEN.

Tejto európskej norme sa musí priznať postavenie národnej normy buď vydaním identického textu, alebo oznámením najneskôr do júna 2018, a národné normy, ktoré sú s ňou v rozpore, musia sa zrušiť najneskôr do júna 2018.

Upozorňuje sa na možnosť, že niektoré časti tohto dokumentu môžu byť predmetom patentových práv. CEN nezodpovedá za identifikáciu ktoréhokoľvek alebo všetkých takýchto patentových práv.

Tento dokument nahrádza EN ISO 4259: 2006.

V súlade s vnútornými predpismi CEN-CENELEC sú túto európsku normu povinné prevziať národné normalizačné organizácie týchto krajín: Belgicka, Bulharska, Bývalej juhoslovanskej republiky Macedónsko, Cypru, Česka, Dánska, Estónska, Fínska, Francúzska, Grécka, Holandska, Chorvátska, Írska, Islandu, Litvy, Lotyšska, Luxemburska, Maďarska, Malty, Nemecka, Nórska, Poľska, Portugalska, Rakúska, Rumunská, Slovenska, Slovinska, Spojeného kráľovstva, Srbska, Španielska, Švajčiarska, Švédska, Talianska a Turecka.

## Oznámenie o schválení

Text ISO 4259-1: 2017 schválil CEN ako EN ISO 4259-1: 2017 bez akýchkoľvek modifikácií.

## Úvod

Na účely kontroly kvality a na preverovanie zhody so špecifikáciami sa vlastnosti komerčne dostupných ropných výrobkov hodnotia štandardnými laboratórnymi skúšobnými metódami. Dve alebo viaceré merania tej istej vlastnosti určitej vzorky špecifickou skúšobnou metódou alebo rozličnými skúšobnými metódami, ktoré majú merať tú istú vlastnosť, zvyčajne nedávajú presne rovnaký výsledok. Je preto nevyhnutné zohľadniť túto skutočnosť tým, že sa získa štatistický odhad zhodnosti metódy, t. j. objektívna miera očakávanej zhody medzi dvomi alebo viacerými výsledkami získanými za špecifikovaných okolností.

V tomto dokumente je odkaz na ISO 3534-2 [1], v ktorej sa uvádza odlišná definícia skutočnej hodnoty (pozri 3.23). Tento dokument normatívne odkazuje aj na ISO 5725-2, ktorá je potrebná na odhad zhodnosti za osobitných a nezvyčajných okolností (pozri 5.3.1).

Dve časti ISO 4259 zahrnujú odvodenie odhadov zhodnosti aj použitie údajov zhodnosti. Spájajú informácie z ASTM D6300 [2] týkajúce sa určenia odhadov zhodnosti a informácie z ASTM D3244 [3] týkajúce sa využívania skúšobných údajov.

Slovník premenných používaných v tomto dokumente a v ISO 4259-2 je v prílohe I tohto dokumentu.

## 1 Predmet normy

Tento dokument špecifikuje metodiku navrhovania programu medzilaboratórnej skúšky (ILS, Interlaboratory Study) a výpočet odhadov zhodnosti skúšobnej metódy špecifikovanej v programe. Definuje predovšetkým príslušné štatistické termíny (kapitola 3), postupy, ktoré treba prijať v procese plánovania ILS na určenie zhodnosti skúšobnej metódy (kapitola 4) a metódu výpočtu zhodnosti z výsledkov programu (kapitoly 5 a 6).

Postupy v tomto dokumente boli navrhnuté špeciálne na ropné výrobky a príbuzné výrobky, ktoré sú za normálnych podmienok považované za homogénne. Postupy špecifikované v tomto dokumente sa môžu používať aj na iné typy homogénnych výrobkov. Pred použitím tohto dokumentu na výrobky, pri ktorých môže byť predpoklad homogenity spochybnený, je nevyhnutné vykonať dôkladné preskúmanie.

## 2 Normatívne odkazy

Nasledujúce dokumenty, celé alebo ich časti, sú v tomto dokumente normatívnymi odkazmi a sú nevyhnutné pri jeho používaní. Pri datovaných odkazoch sa použije len citované vydanie. Pri nedatovaných odkazoch sa použije najnovšie vydanie citovaného dokumentu (vrátane všetkých zmien).

ISO 5725-2 *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method*. [Presnosť (správnosť a zhodnosť) metód a výsledkov merania. Časť 2: Základná metóda stanovenia opakovateľnosti a reprodukovateľnosti normalizovanej metódy merania]

**koniec náhľadu – text ďalej pokračuje v platenej verzii STN**