



**Národní informační středisko
pro podporu jakosti**

STATISTICKÉ METODY V LABORATORĚCH

Ing. Vratislav Horálek, DrSc.

Ing. Jan Král

A. Základní a terminologické normy

- 1 ČSN 01 0115:1996 Mezinárodní slovník základních a všeobecných termínů v metrologii
- 2 VIM:1993 Mezinárodní slovník základních a všeobecných termínů v metrologii. Vydáno společně BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, OIML) – převzato do ČSN 01 0115:1996
- 3 ČSN ISO 3534-1:1994 Statistika – Slovník a značky. Část 1: Pravděpodobnost a obecné statistické termíny (01 0216)
- 4 ČSN ISO 3534-2:1994 Statistika – Slovník a značky. Část 2: Statistické řízení jakosti (01 0216)
- 5 ČSN ISO 3534-3:2001 Statistika – Slovník a značky. Část 1: Navrhování experimentů (01 0216)
- 6 ČSN EN ISO 9000:2001 Systémy managementu jakosti – Základy, zásady a slovník (01 0300)
- 7 ČSN EN ISO/IEC 17025:2001 Všeobecné požadavky na způsobilost zkušebních a kalibračních laboratoří (01 5253)

B. Normy z oblastí: aplikovaná statistika, statistická interpretace údajů, metody a výsledky měření

- 1 ČSN ISO 2602:1993 Statistická interpretace výsledků a zkoušek – Odhad průměru – Konfidenční interval (01 0231)
- 2 ČSN ISO 2854:1994 Statistická interpretace údajů – Odhady a testy středních hodnot a rozptylů (01 0234)
- 3 ČSN ISO 3207:1993 Statistická interpretace údajů – Stanovení statistického tolerančního intervalu (01 0232)
- 4 ČSN ISO 3301:1993 Statistická interpretace údajů – Porovnání dvou průměrů v případě párových pozorování (01 0235)
- 5 ČSN ISO 5479:1998 Statistická interpretace údajů – Testy odchýlení od normálního rozdělení (01 0239)
- 6 ČSN ISO 10576-1:2004 Statistické metody – Směrnice pro hodnocení shody se specifikovanými požadavky – Část 1: Obecné principy (01 0241)
- 7 ČSN ISO 16269-7:2002 Statistická interpretace údajů – Část 7: Medián – Odhad a konfidenční intervaly (01 0233)
- 8 ČSN ISO 16269-8:2005 Statistická interpretace údajů – Část 8: Stanovení předpovědních intervalů (01 0233)

C.Normy z oblastí: přesnost metod, opakovatelnost, reprodukovatelnost, správnost

- 1 ČSN ISO 5725-1:1997 Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření – Část 1: Obecné zásady a definice (01 0251)
- 2 ČSN ISO 5725-2:1997 Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření – Část 2: Základní metoda pro stanovení opakovatelnosti a reprodukovatelnosti normalizované metody měření (01 0251)
- 3 ČSN ISO 5725-3:1997 Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření – Část 3: Mezilehlé míry shodnosti normalizované metody měření (01 0251)
- 4 ČSN ISO 5725-4:1997 Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření – Část 4: Základní metody pro stanovení správnosti normalizované metody měření (01 0251)
- 5 ČSN ISO 5725-5:1999 Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření – Část 5: Alternativní metody pro stanovení shodnosti normalizované metody měření (01 0251)
- 6 ČSN ISO 5725-6:1997 Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření – Část 6: Použití hodnot měř přesnosti v praxi (01 0251)

D.Normy z oblastí: detekční schopnost a kalibrace

- 1 ČSN ISO 11095:1997 Lineární kalibrace s použitím referenčních materiálů (01 0237)
- 2 ČSN ISO 11843-1:1998 Detekční schopnost – Část 1: Termíny a definice (01 0240)
- 3 ČSN ISO 11843-2:2001 Detekční schopnost – Část 2: Metodologie v případě lineární kalibrace (01 0240)
- 4 ČSN ISO 11843-3:2004 Detekční schopnost – Část 3: Metodologie pro stanovení kritické hodnoty odezvy bez použití dat z kalibrace (01 0240)
- 5 ČSN ISO 11843-4:2004 Detekční schopnost – Část 4: Metodologie pro porovnání minimální detekovatelné hodnoty s danou hodnotou (01 0240)

E. Normy z oblasti nejistot měření

- 1 ČSN P ISO/TS 21748:2005 Návod pro použití odhadů opakovatelnosti, reprodukovatelnosti a správnosti při odhadování nejistoty měření (01 0290)
- 2 Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM). Společně vydaly BIPM / IEC / IFCC / ISO / IUPAC / IUPAP / OIML 1993 (opraveno a přetištěno 1995)
- 3 ISO/TS 21749 Measurement and uncertainty for metrological applications – Repeated measurements and nested experiments (Nejistoty měření v metrologických aplikacích – Opakovaná měření a hierarchické experimenty) – vyjde jako ČSN P ISO/TS 21749 asi koncem roku 2006
- 4 NORDTEST TR 537 Handbook for calculation of measurement uncertainty in environmental laboratories (Příručka pro výpočet nejistot měření v laboratořích působících v oblasti životního prostředí), vydání 2:2003
- 5 EA 4/02 Expression of the uncertainty of measurement in calibration (Vyjadřování nejistot měření při kalibracích)
- 6 EURACHEM/CITAC Quantifying uncertainty in analytical measurement (Číselné vyjadřování nejistot analytického měření)

F. Normy z oblastí: regulační metody, kontrola stability výsledků zkoušek

- 1 ČSN 01 0266:1987 Zvláštní typy statistické regulace – Metoda kumulovaných součtů
- 2 ČSN ISO 5725-6:1997 Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření – Část 6: Použití měř přesnosti v praxi (01 0251)
- 3 ISO/TR 7871:1997 Diagramy pro metodu kumulovaných součtů – Návod k řízení jakosti a analýze pomocí metody CUSUM (technická zpráva ISO není přeložena do češtiny)
- 4 ČSN ISO 7873:1995 Regulační diagramy pro aritmetický průměr s výstražnými mezemi (01 0273)
- 5 ČSN ISO 7966:1995 Přejímací regulační diagramy (01 0274)
- 6 ČSN ISO 8258:1994 Shewhartovy regulační diagramy (01 0271)

G. Normy z oblasti vzorkování hromadných materiálů

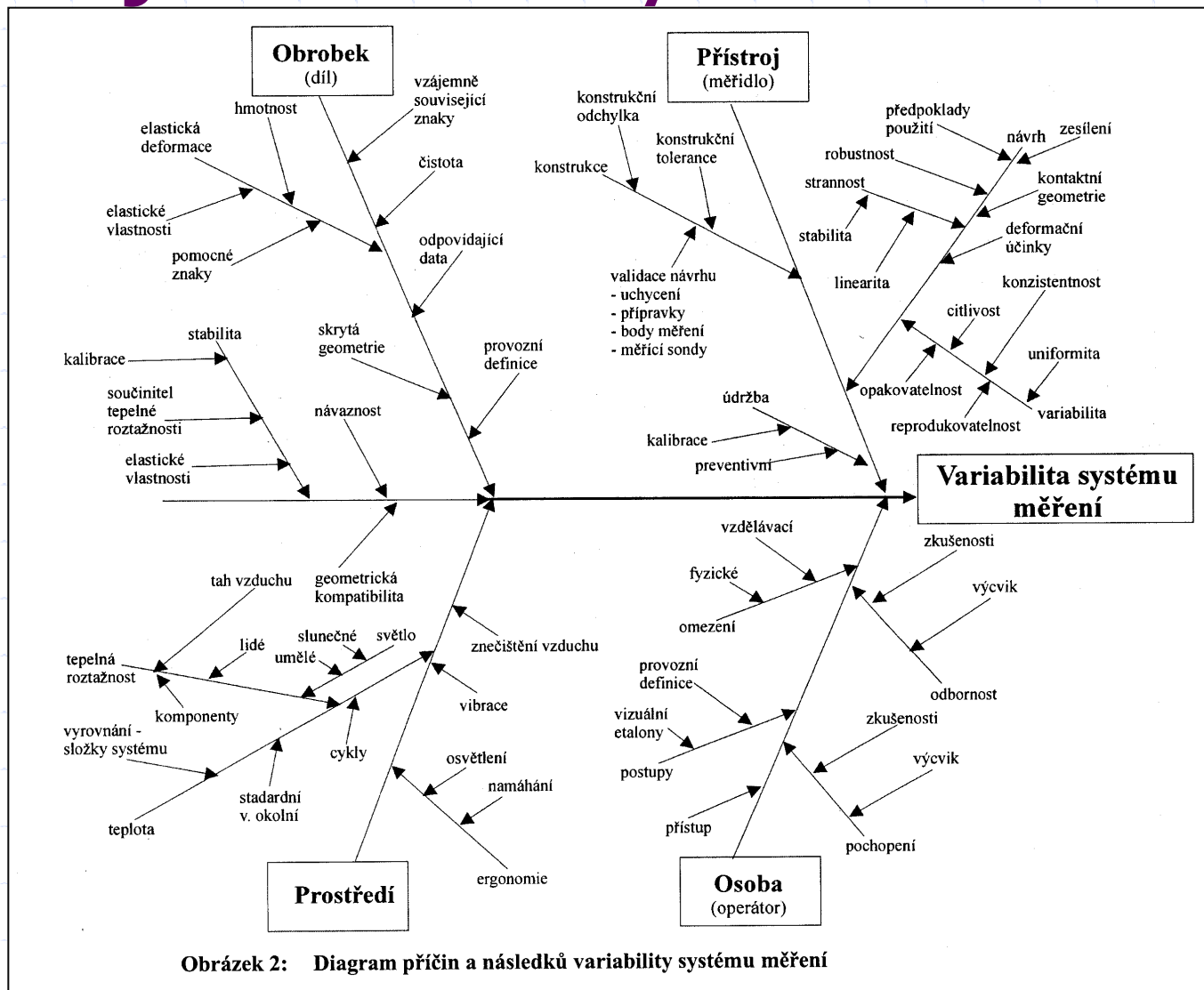
- 1 ČSN ISO 10725:2002 Výběrové přejímací plány a postupy pro kontrolu hromadných materiálů (01 0263)
- 2 ČSN ISO 11648-1:2004 Statistická hlediska vzorkování hromadných materiálů – Část 1: Obecné principy (01 0254)
- 3 ČSN ISO 11648-2:2003 Statistická hlediska vzorkování hromadných materiálů – Část 2: Vzorkování sypkých materiálů (01 0254)

H. Ostatní literatura

- 1 Analýza systémů měření (MSA). Vydaly ASQC a AIAG, druhé vydání 1995 – český překlad ČSJ v roce 1999
- 2 Analýza systémů měření (MSA). Vydaly ASQC a AIAG, třetí vydání 2002 – český překlad ČSJ v roce 2003
- 3 Report of ISO/TC69/SC6/WG7/N377(May 1998) Relationship between ISO 5725 and ISO Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement
- 4 Sborník ÚNMZ: Nejistoty měření, přesnost měření, správnost měření, uvádění nejistot měření a otázky spojené s prohlášením o shodě s technickými specifikacemi v legální metrologii (autor V.Ludvík), vyjde koncem roku 2005

Stanovení měr opakovatelnosti a reprodukovatelnosti při kontrole měření a srovnáváním

Zdroje variability

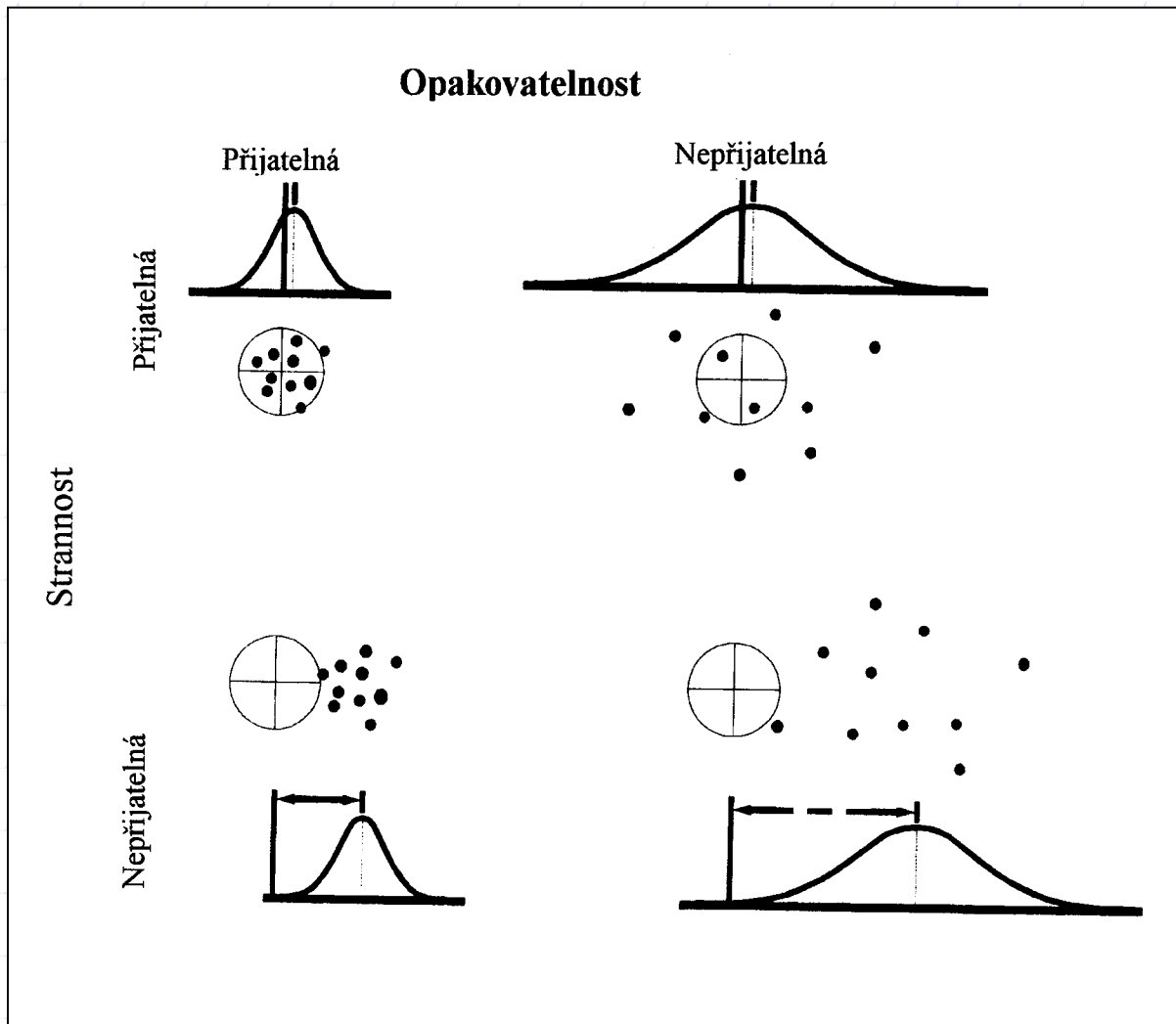


Obrázek 2: Diagram příčin a následků variability systému měření

Druhy variability systému. měření

- Strannost - rozdíl mezi pravou hodnotou a pozorovanou průměrnou hodnotou měření
- Stabilita - změna strannosti v čase
- Linearita- změna strannosti vzhledem k velikosti
- Opakovatelnost – variabilita operátora
- Reprodukovatelnost – variabilita mezi operátory

Vztah mezi stranností a opakovatelností



GRR - Metoda založená na rozpětí

Díly	Operátor A	Operátor B	Rozpětí (A, B)
1	0,85	0,80	0,05
2	0,75	0,70	0,05
3	1,00	0,95	0,05
4	0,45	0,55	0,10
5	0,50	0,60	0,10

$$\text{Průměrné rozpětí } (\bar{R}) = \frac{\sum R_i}{5} = \frac{0,35}{5} = 0,07$$

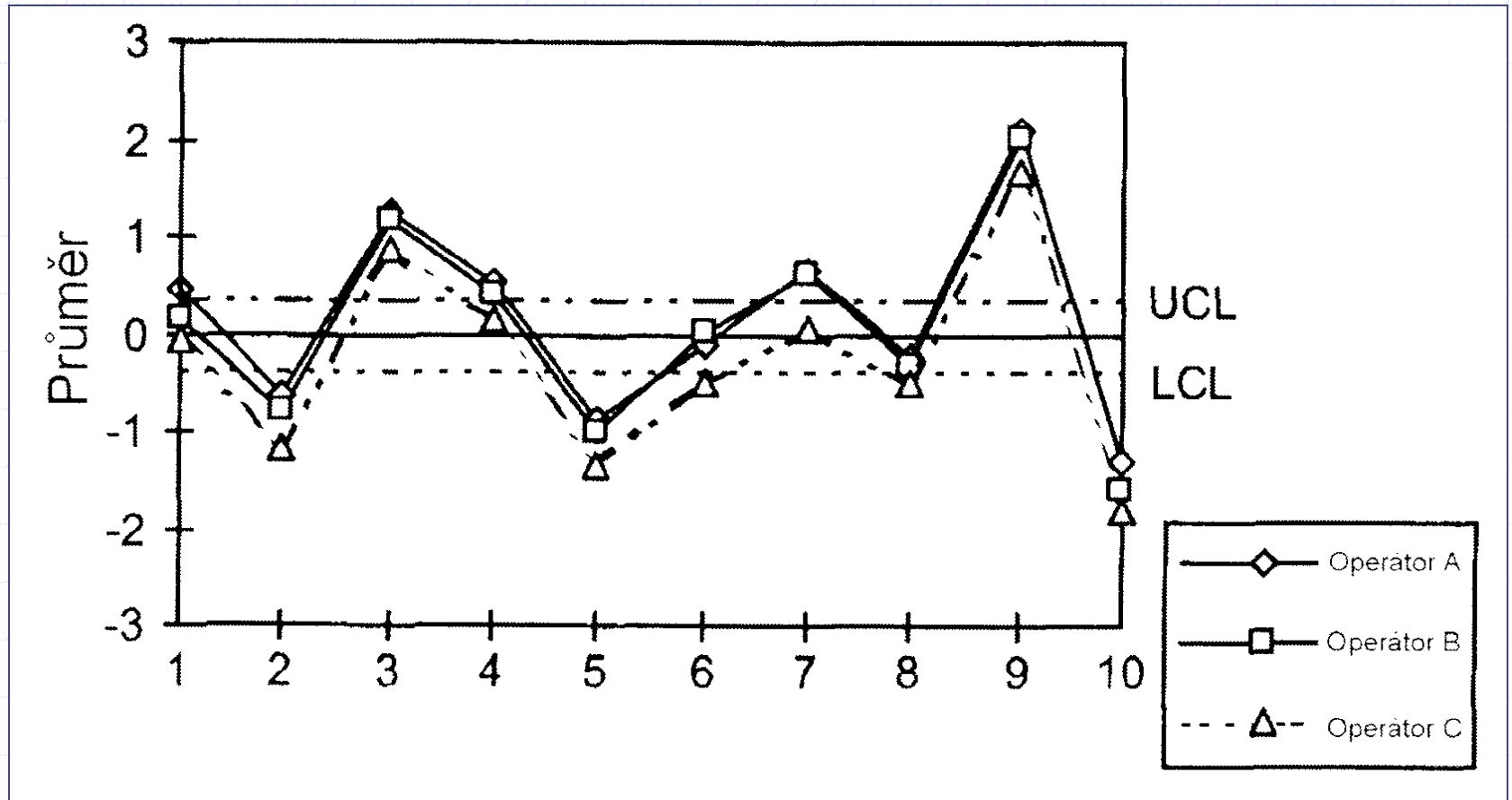
$$GRR = \left(\frac{\bar{R}}{d_2^*} \right) = \left(\frac{\bar{R}}{1,19} \right) = \left(\frac{0,07}{1,19} \right) = 0,0588$$

(směrodatná odchylka procesu = 0,0777 podle předchozí studie)

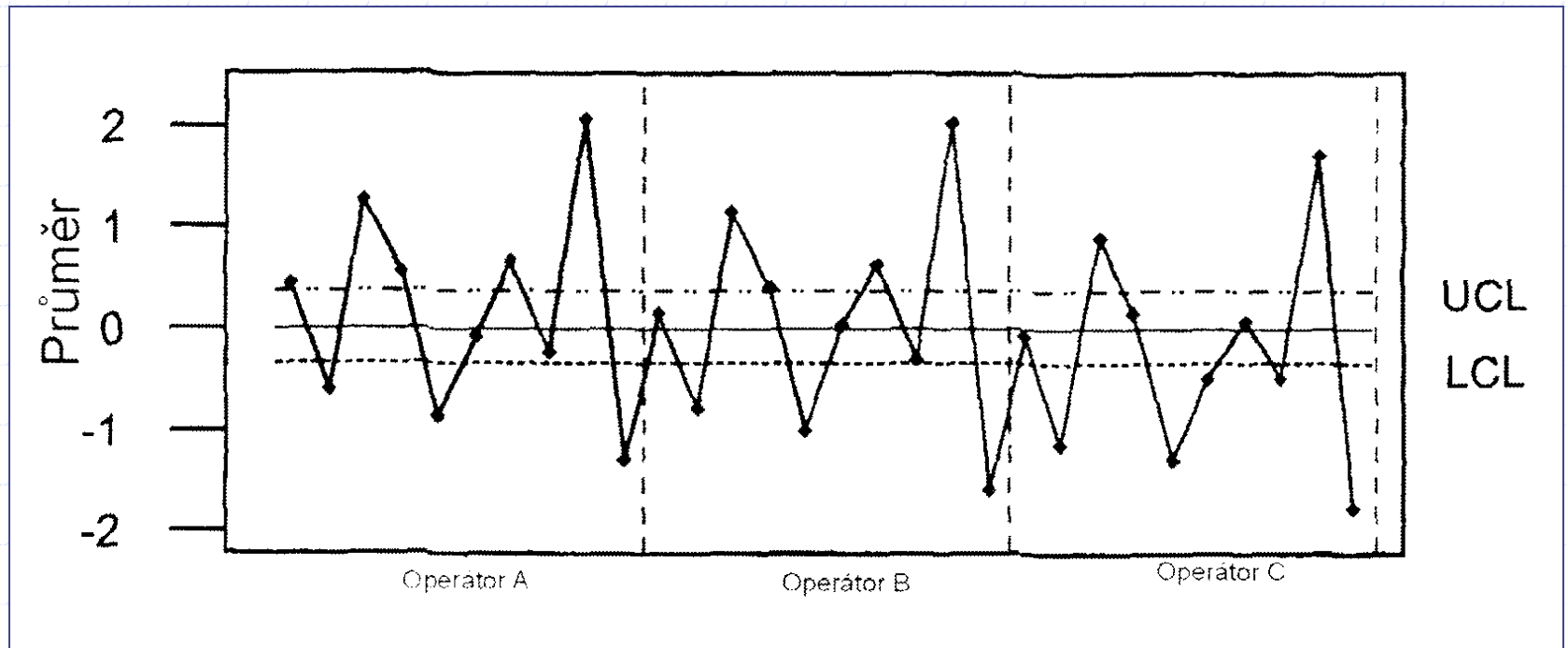
$$\%GRR = 100 * \left(\frac{GRR}{\text{směrodatná odchylka procesu}} \right) = 75,7 \%$$

Grafická analýza

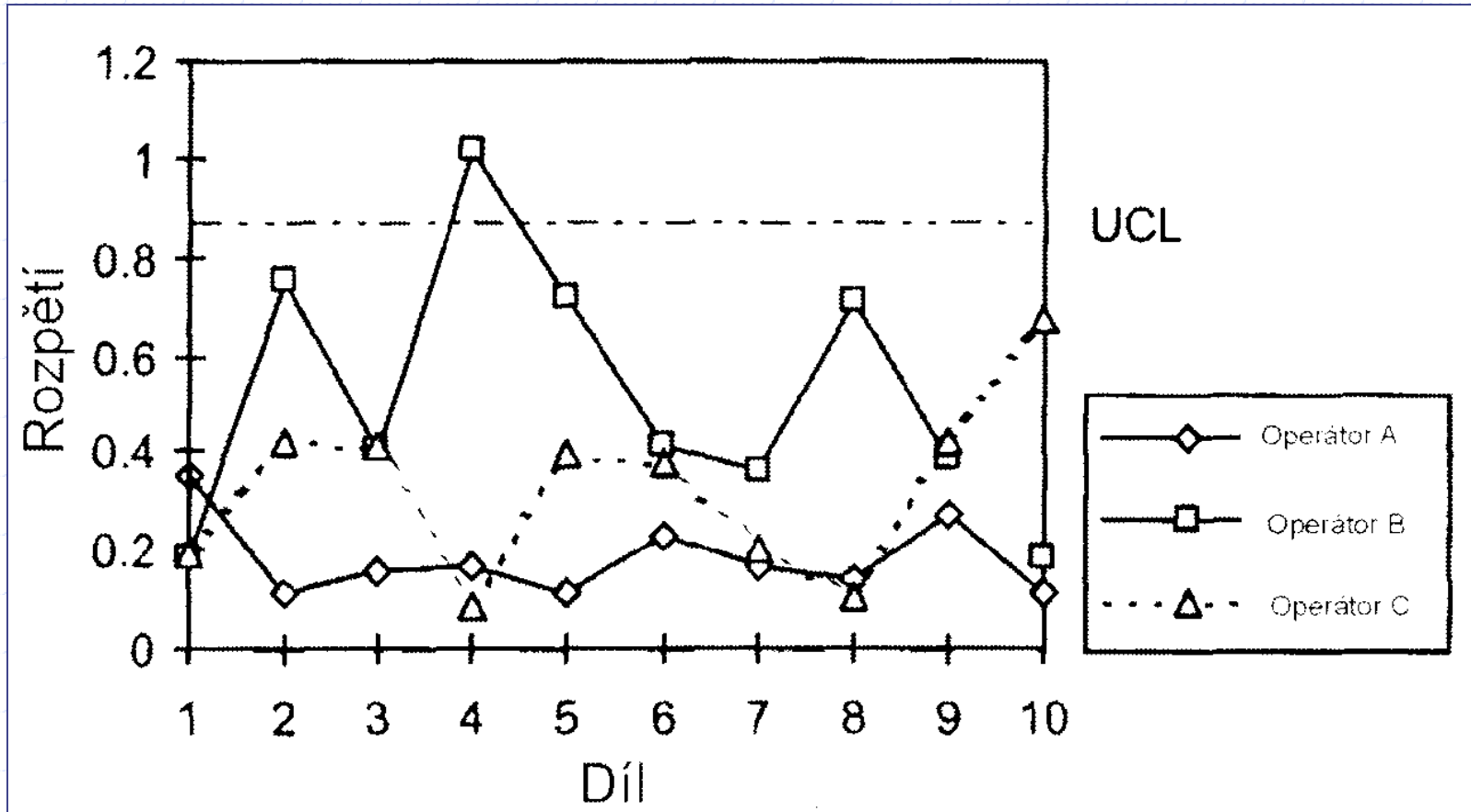
Sdružený průměr



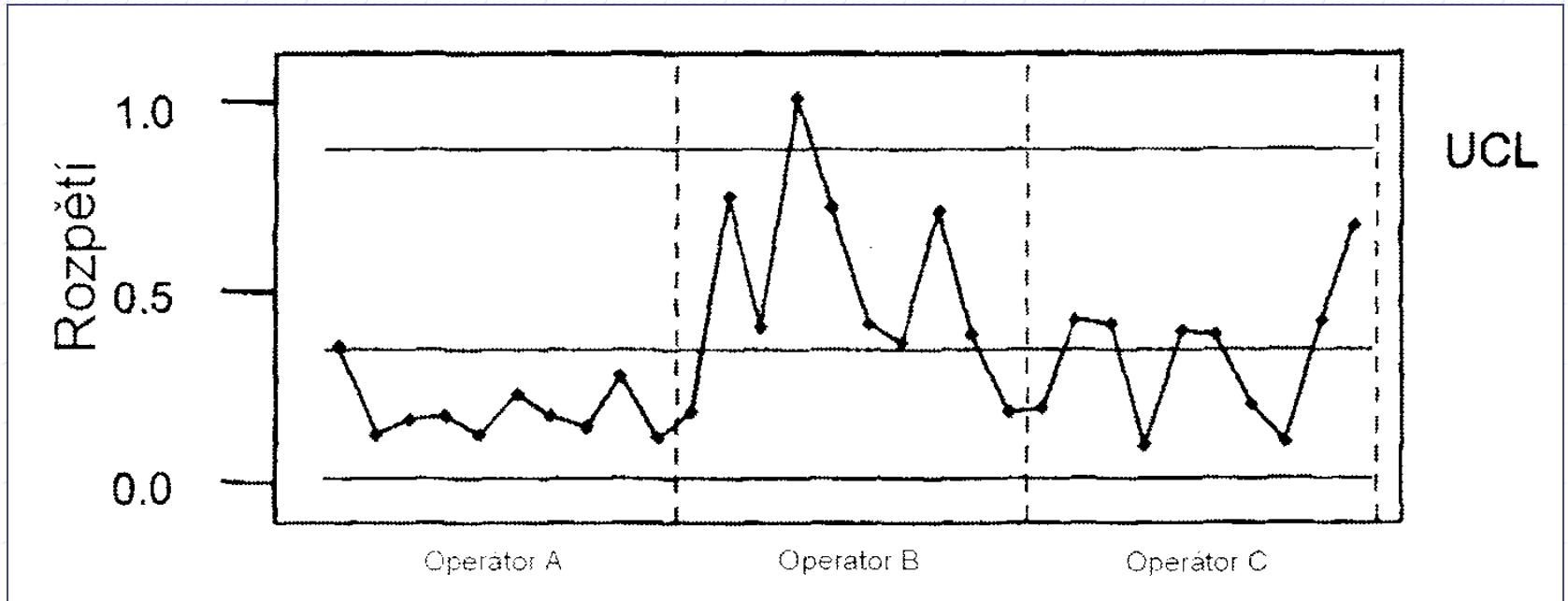
Průměr rozložený



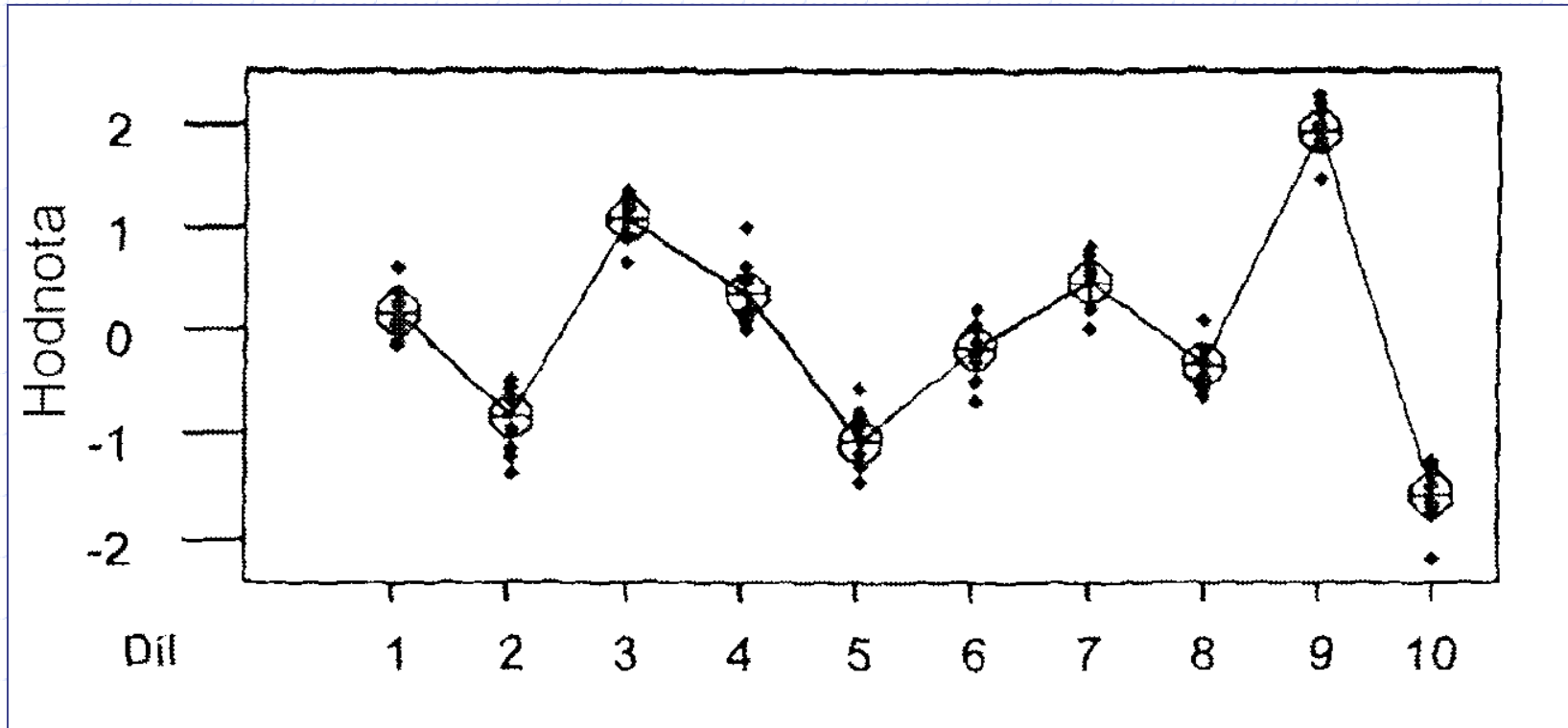
Sdružená rozpětí



Rozložená rozpětí



Iterace podle dílu



Numerická metoda X bar, R

Ukázka z listu pro sběr dat

11	C	1	0,04	-1,38	0,88	0,14	-1,46	-0,29	0,02	-0,46	1,77	-1,49	-0,223
12		2	-0,11	-1,13	1,09	0,20	-1,07	-0,67	0,01	-0,56	1,45	-1,77	-0,256
13		3	-0,15	-0,96	0,67	0,11	-1,45	-0,49	0,21	-0,49	1,87	-2,16	-0,284
14	Průměr		0,073	-1,157	0,880	0,150	-1,327	-0,483	0,080	-0,503	1,697	-1,807	$\bar{X}_c = -0,2543$
15	Rozpětí		0,19	0,42	0,42	0,09	0,39	0,38	0,20	0,10	0,42	0,67	$\bar{R}_c = 0,328$
16	Průměr pro díl		0,169	-0,851	1,099	0,367	-1,064	-0,186	0,454	-0,342	1,940	-1,571	$\bar{\bar{X}} = 0,0014$ $R_p = 3,511$
17	$([\bar{R}_a = 0,184] + [\bar{R}_b = 0,513] + [\bar{R}_c = 0,328]) / [\text{počet operátorů} = 3] =$												$\bar{\bar{R}} = 0,3417$
18	$[\text{Max } \bar{X} = 0,1903] - [\text{Min } \bar{X} = -0,2543] = \bar{X}_{\text{DIFF}} = 0,4446$												
19	$* [\bar{\bar{R}} = 0,3417] \times [D_4 = 2,58] = UCL_R = 0,8816$												

Protokol GRR

1/2

Číslo a název dílu:	Název měřidla:	Datum:						
Znaky:	Číslo měřidla	Provedl:						
Specifikace:	Typ měřidla:							
Hodnoty z listu pro sběr dat:	$\bar{R} = 0,3417$	$\bar{X}_{DIFF} = 0,4446$						
		$R_p = 3,511$						
Analýza měřicí jednotky		% celkové variability (TV)						
<p>Opakovatelnost – variabilita zařízení (EV)</p> $EV = \bar{R} \times K_1$ $= 0,3417 \times 0,5908$ $= 0,20188$		$\%EV = 100 [EV/TV]$ $= 100 [0,20188/1,14610]$ $= 17,62 \%$						
	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Počet měření</th> <th>K_1</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>2</td> <td>0,8862</td> </tr> <tr> <td>3</td> <td>0,5908</td> </tr> </tbody> </table>	Počet měření	K_1	2	0,8862	3	0,5908	
Počet měření	K_1							
2	0,8862							
3	0,5908							
<p>Reprodukovatelnost – Variabilita operátora (AV)</p> $AV = \sqrt{(\bar{X}_{DIFF} \times K_2)^2 - (EV^2 / (nr))}$ $= \sqrt{(0,4446 \times 0,5231)^2 - (0,20188^2 / (10 \times 3))}$ $= 0,22963$ <p>$n = \text{díly}$ $r = \text{měření}$</p>		$\%AV = 100 [AV/TV]$ $= 100 [0,22963/1,14610]$ $= 20,04 \%$						
	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Operátoři</th> <th>2</th> <th>3</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>K_2</td> <td>0,7071</td> <td>0,5231</td> </tr> </tbody> </table>	Operátoři	2	3	K_2	0,7071	0,5231	
Operátoři	2	3						
K_2	0,7071	0,5231						

Protokol GRR

2/2

<p>Opakovatelnost a reprodukovatelnost (GRR)</p> $GRR = \sqrt{EV^2 + AV^2}$ $= \sqrt{(0,20188^2 + 0,22963^2)}$ $= \mathbf{0,30575}$		$\%GRR = 100 (GRR/TV)$ $= 100 [0,30575/1,14610]$ $= \mathbf{26,68 \%}$																				
<p>Variabilita dílu (PV)</p> $PV = R_p \times K_3$ $= \mathbf{1,10456}$	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Díly</th> <th>K_3</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>2</td><td>0,7071</td></tr> <tr><td>3</td><td>0,5231</td></tr> <tr><td>4</td><td>0,4467</td></tr> <tr><td>5</td><td>0,4030</td></tr> <tr><td>6</td><td>0,3742</td></tr> <tr><td>7</td><td>0,3534</td></tr> <tr><td>8</td><td>0,3375</td></tr> <tr><td>9</td><td>0,3249</td></tr> <tr><td>10</td><td>0,3146</td></tr> </tbody> </table>	Díly	K_3	2	0,7071	3	0,5231	4	0,4467	5	0,4030	6	0,3742	7	0,3534	8	0,3375	9	0,3249	10	0,3146	$\% PV = 100 [PV/TV]$ $= 100 [1,10456/1,14610]$ $= \mathbf{96,38 \%}$
Díly	K_3																					
2	0,7071																					
3	0,5231																					
4	0,4467																					
5	0,4030																					
6	0,3742																					
7	0,3534																					
8	0,3375																					
9	0,3249																					
10	0,3146																					
<p>Celková variabilita (TV)</p> $TV = \sqrt{GRR^2 + PV^2}$ $= \sqrt{(0,30575^2 + 1,10456^2)}$ $= \mathbf{1,14610}$		$ndc = 1,41 (PV/GRR)$ $= 1,41 (1,10456/0,3075)$ $= \mathbf{5,094 \sim 5}$																				
<p>Informace o teorii a konstantách použitých ve formuláři – viz. Příručka MSA Reference Manual, 3. vydání</p>																						

Studie metodou srovnávání

Systemy měření diskretních proměnných představují skupinu měření, kde je hodnota výsledku měření jednou z konečného počtu tříd.

Nejběžnějším takovým měřidlem je kalibr s dobrou a zmetkovou stranou, který má pouze dva možné výsledky.

Ukázka z listu pro sběr dat

Díl	A-1	A-2	A-3	B-1	B-2	B-3	C-1	C-2	C-3	Reference	Referenční hodnota	Kód
1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1		+
2	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1		+
3	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		-
4	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		-
5	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		-
6	1	1	0	1	1	0	1	0	0	1		X
7	1	1	1	1	1	1	1	0	1	1		X
8	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1		+
9	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		-
10	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1		+
11	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1		+
12	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0		X
13	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1		+
14	1	1	0	1	1	1	1	0	0	1		X
15	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1		+
16	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1		+
17	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1		+
18	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1		+
19	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1		+
20	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1		+
21	1	1	0	1	0	1	0	1	0	1		X
22	0	0	1	0	1	0	1	1	0	0		X

Analýza metodou křížových tabulek

A Ukazatel shody jednotlivých operátorů

Tabulka A * B

			B		Celkem
			0	1	
A	0	Výsledek	44	6	50
		Oček.výsl.	15,7	34,3	50,0
	1	Výsledek	3	97	100
		Oček.výsl.	31,3	68,7	100,0
Celkem	Výsledek	47	103	150	
	Oček.výsl.	47,0	103,0	150,0	

po: 0,94 pe: 0,5627

Tabulka B * C

			C		Celkem
			0	1	
B	0	Výsledek	42	5	47
		Oček.výsl.	16,0	31,0	47,0
	1	Výsledek	9	94	103
		Oček.výsl.	35,0	68,0	103,0
Celkem	Výsledek	51	99	150	
	Oček.výsl.	51,0	99,0	150,0	

po: 0,9067 pe: 0,56

Tabulka A * C

			C		Celkem
			0	1	
A	0	Výsledek	43	7	50
		Oček.výsl.	17,0	33,0	50,0
	1	Výsledek	8	92	100
		Oček.výsl.	34,0	66,0	100,0
Celkem	Výsledek	51	99	150	
	Oček.výsl.	51,0	99,0	150,0	

po: 0,9 pe: 0,5533

Ukazatel shody κ (kappa)

$$\kappa = \frac{p_o - p_e}{1 - p_e}$$

Kappa	A	B	C
A	X	0,86	0,78
B	0,86	X	0,79
C	0,78	0,79	X

A-B dobrá až vynikající shoda
 A-C dobrá až vynikající shoda
 B-C dobrá až vynikající shoda

Analýza metodou křížových tabulek

B

Ukazatel shody s referenční hodnotou

A * Ref.

		Ref.		Celkem	
		0	1		
A	0	Výsledek	45	5	50
		Oček.výsl.	16,0	34,0	50,0
	1	Výsledek	3	97	100
		Oček.výsl.	32,0	68,0	100,0
Celkem	Výsledek	48	102	150	
	Oček.výsl.	48,0	102,0	150,0	

po: 0,9467 pe: 0,56

B * Ref.

		Ref		Celkem	
		0	1		
B	0	Výsledek	45	2	47
		Oček.výsl.	15,0	32,0	47,0
	1	Výsledek	3	100	103
		Oček.výsl.	33,0	70,0	103,0
Celkem	Výsledek	48	102	150	
	Oček.výsl.	48,0	102,0	150,0	

po: 0,9667 pe: 0,5667

C * Ref.

		Ref		Celkem	
		0	1		
C	0	Výsledek	42	9	51
		Oček.výsl.	16,3	34,7	51,0
	1	Výsledek	6	93	99
		Oček.výsl.	31,7	67,3	99,0
Celkem	Výsledek	48	102	150	
	Oček.výsl.	48,0	102,0	150,0	

po: 0,9 pe: 0,5573

Ukazatel shody κ (kappa)

$$\kappa = \frac{p_o - p_e}{1 - p_e}$$

	A	B	C
Kappa	0,88	0,92	0,77

A-Ref. dobrá až vynikající shoda

B-Ref. dobrá až vynikající shoda

C-Ref. dobrá až vynikající shoda

Analýza metodou křížových tabulek

C	Účinnost					
	% operátora vůči sobě			% operátor proti standardu		
	A	B	C	A	B	C
Celkový zkontrolovaný počet	50	50	50	50	50	50
Počet shodných	42	45	40	42	45	40
95% UCI	92,8	96,7	90,0	92,8	96,7	90,0
Vypočtené bodové hodnocení	84,00	90,00	80,00	84,00	90,00	80,00
95% LCI	70,9	78,2	66,3	70,9	78,2	66,3

Analýza metodou křížových tabulek

	Účinnost	Riziko chybějícího signálu	Riziko zbytečného signálu
A	84,00	6,3	4,9
B	90,00	6,3	2,0
C	80,00	12,5	8,8

Rozhodnutí	Účinnost	Riziko chybějícího signálu	Riziko zbytečného signálu
Přijatelný	$\geq 90\%$	$\leq 2\%$	$\leq 5\%$
Zlepšit	$\geq 80\%$	$\leq 5\%$	$\leq 10\%$
Nepřijatelný	$\geq 80\%$	$> 5\%$	$> 10\%$

