

# Zkoušení způsobilosti

## Mezilaboratorní porovnávací zkoušky

Petr Misák

Vysoké učení technické v Brně, Fakulta stavební, Ústav stavebního zkušebnictví

Brno 2017



- **ČSN EN ISO/IEC 17025:** Posuzování shody - Všeobecné požadavky na způsobilost zkušebních a kalibračních laboratoří.

*Laboratoř v průběhu posuzování pro potřeby akreditace povinna prokázat svou způsobilost.*

- **ČSN EN ISO/IEC 17043:** Posuzování shody - Všeobecné požadavky na zkoušení způsobilosti, ČNI 2010.

*Zkoušení způsobilosti je považováno za jeden z významných nástrojů, který laboratoři napomáhá prokázat její způsobilost akreditačnímu orgánu nebo jiné třetí straně.*

- **Zkoušení způsobilosti (laboratoře)**

Zjišťování schopnosti laboratoře provádět zkoušení, a to formou mezilaboratorního porovnání.

- **Mezilaboratorní porovnávací zkoušky**

Organizace, provedení a vyhodnocení zkoušky na téže nebo podobné zkušební položce dvěma nebo více laboratořemi podle předem stanovených podmínek.

## Účast laboratoře

v programu zkoušení způsobilosti není důležitá pro národní akreditační orgán či jinou stranu, ale **pro laboratoř!**

- **ČSN ISO 5725-1:** Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření – Část 1: Obecné zásady a definice.
- **ČSN ISO 5725-2:** Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření – Část 2: Základní metoda pro stanovení opakovatelnosti a reprodukovatelnosti normalizované metody měření.
- **ČSN ISO 3534-1:** Statistika. Slovník a značky – Část 1: Pravděpodobnost a obecné statistické termíny.
- **ČSN EN ISO/IEC 17043:** Posuzování shody - Všeobecné požadavky na zkoušení způsobilosti, ČNI 2010.

## Správnost

týká se těsnosti shody mezi aritmetickým průměrem velkého počtu výsledků zkoušek a pravou nebo přijatou referenční hodnotou.

## Shodnost

se týká těsnosti shody mezi výsledky zkoušek.

⇒ **Experiment shodnosti** ⇒ Programy zkoušení způsobilosti (PrZZ)

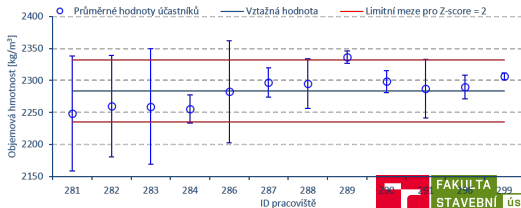
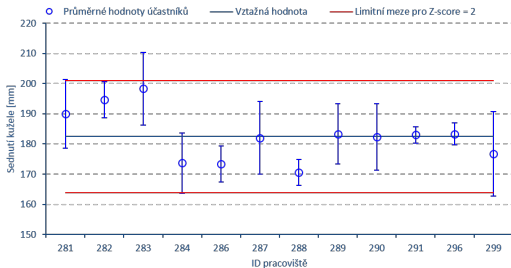
1. organizační (administrativní) část
2. příprava (výroba) zkušebních vzorků
3. rozesílání vzorků
4. sběr dat (výsledků zkoušek) od účastníků
5. statistické vyhodnocení
6. zpracování výsledků – Závěrečná zpráva o výsledcích experimentu shodnosti

## Operátoři

- zástupce všech operátorů způsobilých zkoušku provádět
- Operátorům se nemají dávat žádné rozšiřující pokyny nad rámec zkušebního postupu (normy).
- Operátorům se má sdělit, že účelem cvičení je odhalit rozsah, v němž se mohou výsledky v praxi měnit.
- Měli by oznámit špatné zkušenosti a nepravidelnosti.
- Lepší než upravovat výsledky je **oznámit chybu**.



# Příklad pravděpodobných „úprav“ výsledků zkoušek



## Požadavky a značení

- předpokládá se jeden základní soubor s jednovrcholovým rozdělením  
⇒ normální rozdělení?
- $p$ ... počet účastníků se laboratoří (označení indexem  $i = 1, \dots, p$ )
- $n_i$  počet výsledků zkoušek naměřených laboratoří  $i$

1. Kritické zhodnocení údajů
2. Vyřazení odlehlých hodnot (účastníků, laboratoří)
3. Výpočet rozptylů
4. Stanovení vztažných hodnot a standardní nejistoty
5. Vyhodnocení výkonnosti - výpočet z-score a  $\zeta$ -score

Zjišťování vybočujících nebo odlehlých hodnot

1. Cochranův test
2. Grubbsův test
3. Mandelovy statistiky konzistence

Při zjišťování vybočujících nebo odlehlých hodnot mohou nastat tři případy:

- Je-li testová statistika menší než 5% kritická hodnota nebo je-li této hodnotě rovna, považuje se testovaná entita za **správnou**;
- Je-li testová statistika větší než 5% kritická hodnota a menší než 1% kritická hodnota nebo je-li této hodnotě rovna, nazve se testovaná entita **vybočující** hodnotou a označí se jednou hvězdičkou;
- Je-li testová statistika větší než 1% kritická hodnota, nazve se testovaná entita **odlehlou** hodnotou a označí se dvěma hvězdičkami.

## Testové kritérium

$$C = \frac{s_{max}^2}{\sum_{i=1}^p s_i^2} \quad (1)$$

Výběrová směrodatná odchylka

$$s_i = \sqrt{\frac{1}{n_i - 1} \sum_{k=1}^{n_i} (y_k - \bar{y}_i)^2} \quad (2)$$

# Grubbsův test – jedno odlehlé pozorování

## Maximální hodnota

$$G_p = \frac{x_p - \bar{x}}{s} \quad (3)$$

$$\bar{x} = \frac{1}{p} \sum_{i=1}^p x_i \quad (4)$$

$$s = \sqrt{\frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^p (x_i - \bar{x})^2} \quad (5)$$

## Minimální hodnota

$$G_1 = \frac{\bar{x} - x_1}{s}$$

- popis variability
- grafické znázornění
- použití je vhodné pro hodnocení výsledků zkoušek prováděných v jednotlivých laboratořích na několika úrovních



## Mezilaboratorní statistika konzistence $h$

$$h_i = \frac{\bar{y}_i - \bar{\bar{y}}}{\sqrt{\frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^p (\bar{y}_i - \bar{\bar{y}})^2}} \quad (6)$$

## Vnitrolaboratorní statistika konzistence $k$

$$k_i = \frac{s_i \sqrt{p}}{\sqrt{\sum_{i=1}^p s_i^2}} \quad (7)$$

## Prohlídka grafů hodnot $h$ a $k$

- odlišnosti v uspořádání výsledků (trvale malý a/nebo velký rozptyl hodnot)
- výsledky u jednotlivých laboratoří mohou dosahovat jak kladných tak záporných hodnot
- liší-li se znaménko pouze u jedné z laboratoří, má se nalézt zdůvodnění

- provádí se po vyřazení odlehlých hodnot
- **Rozptyl opakovatelnosti**
- **Mezilaboratorní rozptyl**
- **Rozptyl reprodukovatelnosti**

Rozptyl opakovatelnosti  $s_r^2$

$$s_r^2 = \frac{\sum_{i=1}^p (n_i - 1) s_i^2}{\sum_{i=1}^p (n_i - 1)} \quad (8)$$

## Mezilaboratorní rozptyl $s_L^2$

$$s_L^2 = \frac{s_d^2 - s_r^2}{\bar{n}} \quad (9)$$

$$s_d^2 = \frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^p n_i (\bar{y}_i - \bar{\bar{y}})^2 \quad (10)$$

$$\bar{n} = \frac{1}{p-1} \left[ \sum_{i=1}^p n_i - \frac{\sum_{i=1}^p n_i^2}{\sum_{i=1}^p n_i} \right] \quad (11)$$

Rozptyl reprodukovatelnosti  $s_R^2$

$$s_R^2 = s_r^2 + s_L^2 \quad (12)$$

## Opakovatelnost

vyjadřuje, že rozdíl mezi dvěma výsledky zkoušek z téhož vzorku, provedených stejným pracovníkem, na tomtéž zařízení, v nejkratším možném časovém intervalu nebude překračovat hodnotu opakovatelnosti  $r$  v průměru ne více než jednou ve 20 případech při běžném a správném provádění metody.

$$r = 2,8 \cdot s_r \quad (13)$$

## Reprodukovatelnost

vyjadřuje, že výsledky zkoušek na tomtéž vzorku, získané v nejkratším možném časovém intervalu dvěma pracovníky, kteří použili každý své zařízení, se nebudou lišit hodnotou reprodukovatelnosti  $R$  v průměru ne více než jednou ve 20 případech při běžném a správném provádění metody.

$$R = 2,8 \cdot s_R \quad (14)$$

- Výsledky zkoušek se musí pro interpretaci a porovnání se stanovenými cíli převést na tzv. **výkonnostní statistiky**.
- Účelem je vyjádřit odchylku od vztažné hodnoty takovým způsobem, který umožňuje porovnání s kritérii výkonnosti.
- Podle normy ČSN EN ISO/IEC 17043 se výkonnost účastnících se pracovišť hodnotí podle z-score a  $\zeta$ -score.



Vztažnou hodnotu stanovuje poskytovatel zkoušení způsobilosti (PoZZ).

ČSN EN ISO/IEC 17043 – postup s využitím:

- známé hodnoty,
- certifikovaných referenčních laboratoří,
- referenčních hodnot (etalon),
- konsenzuálních hodnot získaných od expertních účastníků,
- konsenzuálních hodnot účastníků (ISO 13528).

## Konsenzuální hodnota účastníků

- příloha B normy ČSN EN ISO/IEC 17043 za použití statistických metod popsaných v ISO 13528:  
Vztažná hodnota  $X$  je tedy určena jako robustní odhad hodnoty průměru  $x^*$  (iterační algoritmus  $A$ ).
- Při nízkém počtu účastníků je možné zvážit využití **Hornova postupu**.

## Hornův postup

- počet účastníků:  $4 \leq p \leq 20$
- spočívá ve stanovení tzv. pivotů, na jejichž základě se určí odhad polohy a variability
- dolní pivot  $x_D = x_H$ , kde  $H$  je pořadový index daný rovnicí:

$$H = \frac{\text{int}\left(\frac{p+1}{2}\right)}{2} \quad (15)$$

nebo

$$H = \frac{\text{int}\left(\frac{p+1}{2} + 1\right)}{2}. \quad (16)$$

## Hornův postup

- horní pivot:  $x_H = x_{(p+1-H)}$
- vztažná hodnota je prostřednictvím Hornova postupu určena jako odhad polohy, tedy tzv. **pivotová polosuma**

$$x^* = \frac{x_D + x_H}{2} \quad (17)$$

- odhad variability se stanovuje jako tzv. **pivotové rozpětí**

$$R_L = x_H - x_D \quad (18)$$

## Hornův postup

- nejistota takto určené vztažné hodnoty se určí jako 95% intervalový odhad střední hodnoty

$$u_X = R_L \cdot t_{L;0.95}(p), \quad (19)$$

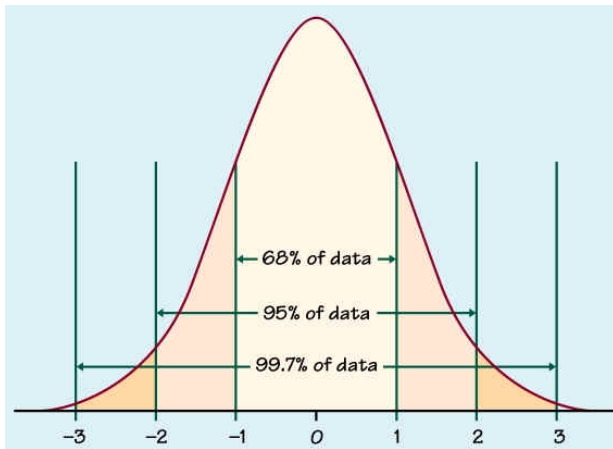
kde  $t_{L;0.95}(p)$  je  $1 - \alpha$  kvantil rozděle  $T_L$  s  $p$  stupni volnosti.

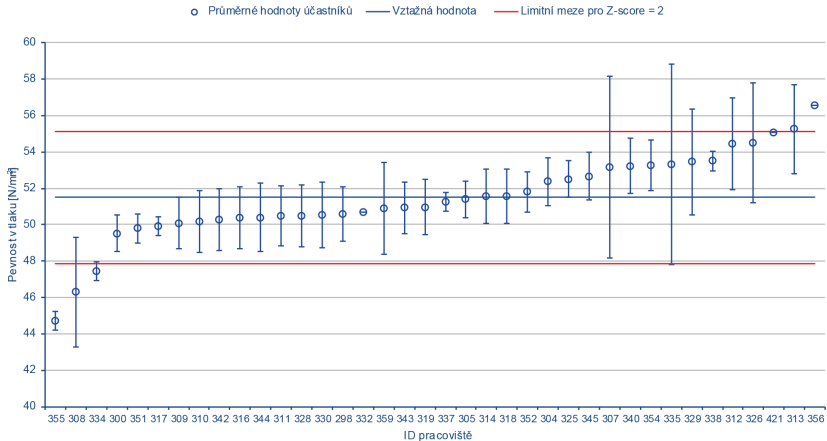
## Z - score

$$z_i = \frac{|\bar{x}_i - x^*|}{s^*} \quad (20)$$

$$\text{z-score} = \begin{cases} |z| \leq 2 & \text{vyhovující} \\ 2 \leq |z| \leq 3 & \text{problematická – varovný podnět} \\ 3 \leq |z| & \text{nevyhovující – podnět k akci} \end{cases}$$

# Z-score







ζ-score

$$\zeta_i = \frac{|\bar{x} - x^*|}{\sqrt{u_i^2 + u_X^2}} \quad (21)$$

$u_X$  standardní kombinovaná nejistota vztažné hodnoty

$u_i$  standardní kombinovaná nejistota  $i$ -té laboratoře

# Dotazy?

**Petr Misák**

petr.misak@vutbr.cz

*Vysoké učení technické v Brně  
Fakulta stavební  
Ústav stavebního zkušebnictví*

szk.fce.vutbr.cz