

NAFTASAADUSED JA SAMAVÄÄRSED TOOTED
Mõõtemeetodite ja tulemuste täpsus
Osa 1: Katsemeetoditega seoses olevate täpsusandmete
piiritlemine

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)

EESTI STANDARDI EESSÕNA

See Eesti standard on

- Euroopa standardi EN ISO 4259-1:2017 ingliskeelse teksti sisu poolest identne tõlge eesti keelde ja sellel on sama staatus mis jõustumisteate meetodil vastuvõetud originaalversioonil. Tõlgenduserimeelsuste korral tuleb lähtuda ametlikes keeltes avaldatud tekstidest;
- jõustunud Eesti standardina inglise keeles detsembris 2017;
- eesti keeles avaldatud sellekohase teate ilmumisega EVS Teataja 2018. aasta detsembrikuu numbris.

Standardi tõlke koostamise ettepaneku on esitanud tehniline komitee EVS/TK 37 „Kütuste ja määrdeainete kvaliteet“, standardi tõlkimist on korraldanud Eesti Standardikeskus ning rahastanud Majandus- ja Kommunikatsiooniministeerium.

Standardi on tõlkinud kütuste ja määrdeainete magister Raul Ernes, eestikeelse kavandi ekspertiisi on teinud keemiadoktor Riin Rebane ja emeritprofessor Rein Laaneots, standardi on heaks kiitnud EVS/TK 37.

Standardi mõnele sätetele on lisatud Eesti olusid arvestavaid märkusi, selgitusi ja täiendusi, mis on tähistatud Eesti maatahisega EE.

Euroopa standardimisorganisatsioonid on teinud Euroopa standardi EN ISO 4259-1:2017 rahvuslikele liikmetele kättesaadavaks 06.12.2017.

Date of Availability of the European Standard EN ISO 4259-1:2017 is 06.12.2017.

See standard on Euroopa standardi EN ISO 4259-1:2017 eestikeelne [et] versioon. Teksti tõlke on avaldanud Eesti Standardikeskus ja sellel on sama staatus ametlike keelte versioonidega.

This standard is the Estonian [et] version of the European Standard EN ISO 4259-1:2017. It was translated by the Estonian Centre for Standardisation. It has the same status as the official versions.

Tagasisidet standardi sisu kohta on võimalik edastada, kasutades EVS-i veebilehel asuvat tagasiside vormi või saates e-kirja meiliaadressile standardiosakond@evs.ee.

ICS 75.080

Standardite reprodutseerimise ja levitamise õigus kuulub Eesti Standardikeskusele

Andmete paljundamine, taastekitamine, kopeerimine, salvestamine elektroonsesse süsteemi või edastamine ükskõik millises vormis või millisel teel ilma Eesti Standardikeskuse kirjaliku loata on keelatud.

Kui Teil on küsimusi standardite autorikaitse kohta, võtke palun ühendust Eesti Standardikeskusega: Koduleht www.evs.ee; telefon 605 5050; e-post info@evs.ee

English Version

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)

This European Standard was approved by CEN on 27 October 2017.

CEN members are bound to comply with the CEN/CENELEC Internal Regulations which stipulate the conditions for giving this European Standard the status of a national standard without any alteration. Up-to-date lists and bibliographical references concerning such national standards may be obtained on application to the CEN-CENELEC Management Centre or to any CEN member.

This European Standard exists in three official versions (English, French, German). A version in any other language made by translation under the responsibility of a CEN member into its own language and notified to the CEN-CENELEC Management Centre has the same status as the official versions.

CEN members are the national standards bodies of Austria, Belgium, Bulgaria, Croatia, Cyprus, Czech Republic, Denmark, Estonia, Finland, Former Yugoslav Republic of Macedonia, France, Germany, Greece, Hungary, Iceland, Ireland, Italy, Latvia, Lithuania, Luxembourg, Malta, Netherlands, Norway, Poland, Portugal, Romania, Serbia, Slovakia, Slovenia, Spain, Sweden, Switzerland, Turkey and United Kingdom.



EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION
EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG

CEN-CENELEC Management Centre: Rue de la Science 23, B-1040 Brussels

SISUKORD

EUROOPA EESSÕNA.....	4
EESSÕNA.....	5
SISSEJUHATUS.....	6
1 KÄSITLUSALA.....	7
2 NORMIVIITED.....	7
3 TERMINID JA MÄÄRATLUSED.....	7
4 LABORITEVAHELISE VÕRDLUSKATSE KAVANDAMISE ETAPID KATSEMEETODI TÄPSUSE MÄÄRAMISEKS.....	10
4.1 Üldist.....	10
4.2 Katsemeetodi ettevalmistamine.....	10
4.3 Eelkatsetuse kavandamine vähemalt kahes laboris.....	10
4.4 Laboritevahelise võrdluskatse kavandamine.....	11
4.5 Võrdluskatse teostamine.....	12
5 VÕRDLUSKATSE TULEMUSTE HINDAMISE JÄRJEPIDEVUS.....	13
5.1 Üldised nõuded.....	13
5.2 Eelvalimine GESD tehnikaga.....	13
5.3 Andmete teisendamine ja eksete kontrollimine.....	14
5.3.1 Üldist.....	14
5.3.2 Eksete tuvastamine pärast eelvalimisi.....	16
5.3.3 Korduvuse ühtlus.....	17
5.3.4 Korratavuse ühtlus.....	17
5.4 Proovi kõigi tulemuste (kõikidest laboritest) tagasilüke.....	17
5.5 Puuduvate või tagasilükatud tulemuste hindamine.....	18
5.5.1 Üks kahest kordamisel saadud tulemusest puudub või on tagasi lükatud.....	18
5.5.2 Mõlemad kordamisel saadud tulemused puuduvad või on tagasi lükatud.....	18
5.6 Ekselaborite tagasilükke test.....	18
5.7 Teisendamise valiku kinnitamine.....	19
5.7.1 Üldist.....	19
5.7.2 Erakordse mõjuga proovi(de) tuvastamine.....	19
6 DISPERSIOONANALÜÜS, TÄPSUSHINNANGUTE ARVUTAMINE JA ESITAMINE.....	20
6.1 Üldist.....	20
6.2 Dispersioonanalüüs.....	20
6.2.1 Laboritevaheliste hälvete ruutude summa $\times$ proovidevaheliste hälvete ruutude summa kujundamine.....	20
6.2.2 Hälvete ruutude summa moodustamine täpse dispersioonanalüüsi jaoks.....	20
6.2.3 Vabadusastmete arv.....	21
6.2.4 Hälvete ruutude keskmine ja dispersioonanalüüs.....	21
6.3 Hälvete ruutude keskmiste ooteväärtused ja täpsushinnangute arvutamine.....	21
6.3.1 Täpsushinnanguteta hälvete ruutude keskmised ooteväärtused.....	21
6.3.2 Täpsushinnangutega hälvete ruutude keskmised ooteväärtused.....	22
6.3.3 Täpsushinnangute arvutamine.....	22
6.4 Katsemeetodi täpsushinnangute esitamine.....	24
6.5 Katsemeetodi ulatuse kindlaksmääramine.....	24
7 SUHE R/r	26
Lisa A (normlisa) Vajaliku proovide arvu kindlaksmääramine.....	27
Lisa B (teatmelisa) Valemite tuletamine laborite ja proovide arvu hindamiseks, mis on vajalik saavutamaks vabadusastmete arvu vähemalt 30.....	29

Lisa C (normlisa) Tähistamisviis ja katsed	31
Lisa D (normlisa) Broomiarvul ja andmekogu tabelitel põhineva võrdluskatse meetodite tutvustamine .	36
Lisa E (normlisa) Sõltuvuste liigid ja vastavad teisendused	59
Lisa F (normlisa) Kaalutud lineaarne regressioonanalüüs.....	63
Lisa G (normlisa) Ümardamise reeglid tulemuste esitamisel.....	70
Lisa H (normlisa) GESD – toiming tuvastamaks andmekogus mitmeid ekseid üheaegselt	72
Lisa I (teatmelisa) Sõnastik.....	82
Kirjandus.....	87

EUROOPA EESSÕNA

Dokumendi (EN ISO 4259-1:2017) on koostanud tehniline komitee ISO/TC 28 „Petroleum and related products, fuels and lubricants from natural or synthetic sources“ koostöös tehnilise komiteega CEN/TC 19 „Gaseous and liquid fuels, lubricants and related products of petroleum, synthetic and biological origin“, mille sekretariaati haldab NEN.

Euroopa standardile tuleb anda rahvusliku standardi staatus kas identse tõlke avaldamisega või jõustumisteatega hiljemalt 2018. a juuniks ja sellega vastuolus olevad rahvuslikud standardid peavad olema kehtetuks tunnistatud hiljemalt 2018. a juuniks.

Tuleb pöörata tähelepanu võimalusele, et standardi mõni osa võib olla patendiõiguse objekt. CEN ei vastuta sellis(t)e patendiõigus(t)e väljaselgitamise ega selgumise eest.

See dokument asendab standardit EN ISO 4259:2006.

CEN-i/CENELEC-i sisereeglite järgi peavad Euroopa standardi kasutusele võtma järgmiste riikide rahvuslikud standardimisorganisatsioonid: Austria, Belgia, Bulgaaria, Eesti, endine Jugoslaavia Makedoonia Vabariik, Hispaania, Holland, Horvaatia, Iirimaa, Island, Itaalia, Kreeka, Küpros, Leedu, Luksemburg, Läti, Malta, Norra, Poola, Portugal, Prantsusmaa, Rootsi, Rumeenia, Saksamaa, Serbia, Slovakkia, Sloveenia, Soome, Šveits, Taani, Tšehhi Vabariik, Türgi, Ungari ja Ühendkuningriik.

Jõustumisteade

CEN on standardi ISO 4259-1:2017 teksti muutmata kujul üle võtnud standardina EN ISO 4259-1:2017.

EESSÕNA

ISO (*International Organization for Standardization*) on ülemaailmne rahvuslike standardimisorganisatsioonide (ISO rahvuslike liikmesorganisatsioonide) föderatsioon. Tavaliselt tegelevad rahvusvahelise standardi koostamisega ISO tehnilised komiteed. Kõigil rahvuslikel liikmesorganisatsioonidel, kes on mingi tehnilise komitee pädevusse kuuluvast valdkonnast huvitatud, on õigus selle komitee tegevusest osa võtta. Selles töös osalevad käsikäes ISO-ga ka rahvusvahelised, riiklikud ja valitsusvälised organisatsioonid. Kõigis elektrotehnika standardimist puudutavates küsimustes teeb ISO tihedat koostööd Rahvusvahelise Elektrotehnikakomisjoniga (IEC).

Selle dokumendi väljatöötamiseks kasutatud ja edasiseks haldamiseks mõeldud protseduurid on kirjeldatud ISO/IEC direktiivide 1. osas. Eriti tuleb silmas pidada eri heakskiidukriteeriumeid, mis on eri liiki ISO dokumentide puhul vajalikud. See dokument on kavandatud ISO/IEC direktiivide 2. osas esitatud toimetamisreeglite kohaselt (vt www.iso.org/directives).

Tuleb pöörata tähelepanu võimalusele, et standardi mõni osa võib olla patendiõiguse objekt. ISO ei vastuta sellis(t)e patendiõigus(t)e väljaselgitamise ega selgumise eest. Dokumendi väljatöötamise jooksul väljaselgitatud või selgunud patendiõiguste üksikasjad on esitatud peatükis „Sissejuhatus“ ja/või ISO-le saadetud patentide deklaratsioonide loetelus (vt www.iso.org/patents).

Mis tahes selles dokumendis kasutatud äriiline käibenimi on kasutajate abistamise eesmärgil esitatud teave ja ei kujuta endast toetusavaldust.

Selgitused standardite vabatahtliku kasutuse ja vastavushindamisega seotud ISO eriomaste terminite ja väljendite kohta ning teave selle kohta, kuidas ISO järgib WTO tehniliste kaubandustõkete lepingus sätestatud põhimõtteid, on esitatud järgmisel aadressil: www.iso.org/iso/foreword.html.

Dokumendi on koostanud tehniline komitee ISO/TC 28 „Petroleum and related products, fuels and lubricants from natural or synthetic sources“.

ISO 4259-1 esimene versioon koos standardiga ISO 4259-2 tühistab ja asendab standardit ISO 4259, mis on tehniliselt üle vaadatud.

Kõikide standardisarja ISO 4259 osade loetelu on leitav ISO veebilehelt.

SISSEJUHATUS

Toote omadusi iseloomustavate suuruste kindlaksmääramisel ja nende suuruste toote spetsifikatsioonile vastavuse kontrollimisel on viidatud katsemeetoditele. Ühe kindla proovi sama omadust iseloomustava suuruse kaks või enam mõõtmist ühel sobival katsemeetodil või erinevatel sobivatel katsemeetoditel ei anna tavaliselt täpselt sama tulemust. Seepärast on toote spetsifikatsiooni kindlaksmääramisel vaja seda asjaolu nõuetekohaselt arvesse võtta, et eeldatava suuruse/mõõtmise kooskõlastatud mõõtmisel võetakse arvesse kahte või enam teatud katsetingimustel saavutatud tulemust.

Dokumendis viidatakse standardile ISO 35342^[1], mis sätestab tõelise väärtuse teistel alustel (vt 3.23). Dokument viitab ka standardile ISO 5725-2. Viimane on täpsuse hindamiseks vajalik eelkõige tavalisest erinevates olukordades (vt jaotis 5.3.1).

Standardi ISO 4259 kaks osa hõlmavad nii hinnatud täpsusandmete kindlaksmääramist kui ka nende kasutamist. See dokument võtab arvesse nii infot hinnatud täpsuste kindlaksmääramise kohta standardist ASTM D6300^[2] kui ka infot standardist ASTM D3244^[3] katsetulemuste kasutamise kohta.

Selles dokumendis ja standardis ISO 4259-2 kasutatud juhuslike suuruste sõnastik on selle standardi lisas I.

1 KÄSITLUSALA

Dokument sätestab laboritevahelise võrdluskatse kavandamise metoodika ja täpsushinnangute arvutamise selles rakendavatele katsemeetoditele. Eelkõige määratletakse asjasse puutuvad terminid (peatükk 3), võrdluskatse (ILS) meetodile täpsuse kindlaksmääramise toimingute kavandamine (peatükk 4) ja katsetulemuste täpsuse arvutamise alused (peatükid 5 ja 6).

Dokumendis sätestatud toimingud on välja töötatud just naftasaaduste ja sellega seonduvate toodete jaoks, mida peetakse tavaliselt ühtlasteks e homogeenseteks toodeteks. Siiski võib selles dokumendis sätestatud meetodeid rakendada ka teist liiki ühtlaste omadustega toodete suhtes. Muudele toodetele, mille omaduste ühtlus võib olla küsitav, on vajalik enne selle dokumendi kohaldamist hoolikas uurimine.

2 NORMIVIITED

Alljärgnevalt loetletud dokumendid, mille kohta on standardis esitatud normiviited, on kas terveniisti või osaliselt vajalikud selle standardi rakendamiseks. Dateeritud viidete korral kehtib üksnes viidatud väljaanne. Dateerimata viidete korral kehtib viidatud dokumendi uusim väljaanne koos võimalike muudatustega.

ISO 57252. 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

3 TERMINID JA MÄÄRATLUSED

Standardi rakendamisel kasutatakse alljärgnevalt esitatud termineid ja määratlusi.

ISO ja IEC hoiavad alal standardimisel kasutamiseks olevaid terminoloogilisi andmebaase järgmistel aadressidel:

- ISO veebipõhine lugemisplatvorm: kättesaadav veebilehelt <https://www.iso.org/obp/>;
- IEC Electropedia: kättesaadav veebilehelt <http://www.electropedia.org/>.

3.1

dispersioonanalüüs (*analysis of variance*)

ANOVA

tehnika, mis võimaldab meetodi kogudispersiooni jaotamist üksikuteks koostisosadeks

3.2

tunnustatud tugiväärtus (referentsväärtus) (*accepted reference value*)

ARV

võrdluskatsest tuletatud tunnustatud võrdlusmeetodiga ja -katsega kindlaksmääratud toote tunnussuuruse (omaduse iseloomuliku suuruse) heakskiidetud väärtus

3.3

laboritevaheline dispersioon (*between laboratory variance*)

kogudispersiooni komponent, mis seostub eri laborite keskmiste erinevusega

MÄRKUS 1 Kui on võrreldud enam kui ühest laborist saadud tulemusi, siis on tulemuste kogudispersioon tavaliselt laiem kui sama arvu katseid läbi viinud ühe labori tulemuste dispersioon ja esineb eri laboritest saadud keskmiste väärtuste mõningane hajumine. See põhjustab laboritevahelise dispersiooni suurenemise, mis on kogudispersiooni komponent eri laboritest saadud keskmiste erinevuse tõttu.

MÄRKUS 2 On olemas ka määratlus katsetajatevahelise dispersiooni kohta.