

DIN EN ISO 4259-1:2018-04 (D)

Mineralölerzeugnisse - Präzision von Messverfahren und Ergebnissen - Teil 1: Bestimmung der Präzisionsdaten von Prüfverfahren (ISO 4259-1:2017); Deutsche Fassung EN ISO 4259-1:2017

| Inhalt | Seite |
|---|-------|
| Europäisches Vorwort..... | 4 |
| Vorwort..... | 5 |
| Einleitung | 6 |
| 1 Anwendungsbereich..... | 7 |
| 2 Normative Verweisungen | 7 |
| 3 Begriffe | 7 |
| 4 Planungsschritte für einen Ringversuch zur Bestimmung der Präzision eines Prüfverfahrens..... | 11 |
| 4.1 Allgemeines..... | 11 |
| 4.2 Erstellung eines Entwurfs für das Prüfverfahren | 11 |
| 4.3 Planung einer Pilotstudie mit mindestens zwei Prüflaboren..... | 11 |
| 4.4 Planung des Ringversuchs..... | 12 |
| 4.5 Durchführung des Ringversuchs | 13 |
| 5 Statistische Auswertung der Ringversuchs-Ergebnisse..... | 14 |
| 5.1 Allgemeine Empfehlung | 14 |
| 5.2 Vorauswahl mittels GESD-Technik | 15 |
| 5.3 Transformation von Daten und Ausreißerprüfungen..... | 16 |
| 5.3.1 Allgemeines..... | 16 |
| 5.3.2 Ermittlung von Ausreißern nach der Vorauswahl | 19 |
| 5.3.3 Einheitlichkeit der Wiederholbarkeit | 19 |
| 5.3.4 Einheitlichkeit der Vergleichbarkeit | 19 |
| 5.4 Eliminierung aller Daten (aus allen Laboren) für eine Probe | 20 |
| 5.5 Schätzung von fehlenden oder eliminierten Ergebnissen | 20 |
| 5.5.1 Eines von zwei Wiederholprüfergebnissen fehlt oder wurde eliminiert..... | 20 |
| 5.5.2 Beide Wiederholprüfergebnisse fehlen oder wurden eliminiert..... | 20 |
| 5.6 Ablehnungsprüfung auf Laborausreißer..... | 21 |
| 5.7 Bestätigung der gewählten Transformation | 21 |
| 5.7.1 Allgemeines..... | 21 |
| 5.7.2 Identifizierung übermäßig einflussreicher Proben..... | 21 |
| 6 Varianzanalyse, Berechnung und Angabe der Schätzwerte für die Präzision..... | 22 |
| 6.1 Allgemeines..... | 22 |
| 6.2 Varianzanalyse..... | 22 |
| 6.2.1 Bildung der Summen der Quadrate der Abweichungen für die Labore × Proben- Wechselwirkungsquadratsumme | 22 |
| 6.2.2 Bildung der Summe der Quadrate der Abweichungen für die genaue Varianzanalyse..... | 23 |
| 6.2.3 Freiheitsgrade | 24 |
| 6.2.4 Mittlere Quadrate der Abweichungen und Varianzanalyse | 24 |
| 6.3 Erwartungswerte der mittleren Quadrate der Abweichungen und Berechnung der Schätzwerte für die Präzision | 25 |
| 6.3.1 Erwartungswerte der mittleren Quadrate der Abweichungen ohne Schätzwerte | 25 |
| 6.3.2 Erwartungswert für die mittleren Quadrate der Abweichungen mit Schätzwerten | 25 |
| 6.3.3 Berechnung der Schätzwerte für die Präzision | 26 |

| | | |
|--|--|----|
| 6.4 | Angabe der Schätzwerte für die Präzision eines Prüfverfahrens..... | 27 |
| 6.5 | Festlegung des Anwendungsbereichs des Prüfverfahrens..... | 29 |
| 7 | Verhältnis R/r | 30 |
| Anhang A (normativ) Bestimmung der erforderlichen Anzahl an Proben | | 31 |
| Anhang B (informativ) Ableitung der Gleichung für die Schätzung der für mindestens 30 Freiheitsgrade erforderlichen Anzahl an Laboren und Proben..... | | 33 |
| B.1 | Freiheitsgrade | 33 |
| B.2 | Erläuterung für die als Mindestwert gewählte Anzahl von 30 Freiheitsgraden | 34 |
| Anhang C (normativ) Schreibweise und Prüfungen | | 35 |
| C.1 | Allgemeines..... | 35 |
| C.2 | Aufstellung der Doppelbestimmungen | 35 |
| C.3 | Aufstellung der Summen von Doppelbestimmungen | 36 |
| C.4 | Summen der Quadrate der Abweichungen und Varianzen | 36 |
| C.5 | Prüfung nach Cochran | 37 |
| C.6 | Prüfung nach Hawkins..... | 38 |
| C.7 | Varianz-Verhältnis-Prüfung (F -Prüfung) | 40 |
| Anhang D (normativ) Veranschaulichung von Verfahrenunter Verwendung von Ringversuchsergebnissen für die Bromzahl und statistischet Tabellen..... | | 41 |
| D.1 | Ringversuchs-Daten für die Bromzahl und ihre Aufbereitung..... | 41 |
| D.2 | Bestimmung der Transformation | 42 |
| D.3 | Cochran-Prüfung | 45 |
| D.4 | Hawkins-Prüfung | 45 |
| D.5 | Cochran-Prüfung und Varianz-Verhältnis-Prüfung (F -Prüfung) | 46 |
| D.6 | Schätzung von Werten, wenn ein Ergebnispaar fehlt oder eliminiert wurde | 48 |
| D.7 | Hawkins-Prüfung auf Laborausreißer | 48 |
| D.8 | Identifizierung übermäßig einflussreicher Proben - Berechnung der Cook-Distanz | 49 |
| D.9 | Summe der Quadrate der Abweichungen..... | 50 |
| D.10 | Bildung der Summe der Quadrate der Abweichungen für die genaue Varianzanalyse | 52 |
| D.11 | Freiheitsgrade | 53 |
| D.12 | Mittlere Quadrate der Abweichungen und Varianzanalyse - Prüfung auf systematische Abweichung zwischen Laboren | 53 |
| D.13 | Erwartungswerte der mittleren Quadrate der Abweichungen mit Schätzwerten..... | 53 |
| D.14 | Berechnung der Schätzwerte für die Präzision..... | 54 |
| D.14.1 | Wiederholbarkeit (Verfahren in 6.3.3.1) | 54 |
| D.14.2 | Vergleichbarkeit (Verfahren in 6.3.3.2)..... | 54 |
| D.15 | Kritische Werte für F | 60 |
| D.15.1 | Darstellung allgemeiner Daten..... | 60 |
| D.15.2 | Näherungsformel für kritische Werte von F | 62 |
| D.16 | Kritische Werte der Normalverteilung | 63 |
| Anhang E (normativ) Formen der Abhängigkeit und entsprechende Transformationen | | 64 |
| E.1 | Formen der Abhängigkeit..... | 64 |
| E.2 | Durchführung der Transformation | 65 |
| Anhang F (normativ) Gewichtete lineare Regressionsanalyse | | 68 |
| F.1 | Erklärung für den Gebrauch einer Scheinvariablen | 68 |
| F.2 | Ableitung der Gewichtungsfaktoren für die Regressionsanalyse | 69 |
| F.3 | Berechnungsverfahren für die Regressionsanalyse | 70 |
| F.4 | Berechnungsbeispiel..... | 72 |
| Anhang G (normativ) Regeln für das Runden von Ergebnissen..... | | 76 |
| Anhang H (normativ) GESD-Technik für das gleichzeitige Identifizieren mehrerer Ausreißer in einem Datensatz | | 78 |
| H.1 | Hintergrund | 78 |
| H.2 | Anwendung des GESD-Identifizierungsverfahrens für Ausreißer in Ringversuchsdaten..... | 78 |
| Anhang I (informativ) Glossar | | 85 |
| Literaturhinweise | | 89 |