

DIN EN ISO 4259-1:2020-02 (D)

Mineralölerzeugnisse - Präzision von Messverfahren und Ergebnissen - Teil 1: Bestimmung der Präzisionsdaten von Prüfverfahren (ISO 4259-1:2017 + Amd 1:2019); Deutsche Fassung EN ISO 4259-1:2017 + A1:2019

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort.....	5
A1 Europäisches Vorwort der Änderung A1	6
Vorwort.....	7
A1 Vorwort der Änderung A1	8
Einleitung.....	9
1 Anwendungsbereich.....	10
2 Normative Verweisungen.....	10
3 Begriffe.....	10
4 Planungsschritte für einen Ringversuch zur Bestimmung der Präzision eines Prüfverfahrens.....	14
4.1 Allgemeines.....	14
4.2 Erstellung eines Entwurfs für das Prüfverfahren.....	14
4.3 Planung einer Pilotstudie mit mindestens zwei Prüflaboren.....	14
4.4 Planung des Ringversuchs.....	14
4.5 Durchführung des Ringversuchs.....	16
5 Statistische Auswertung der Ringversuchs-Ergebnisse.....	17
5.1 Allgemeine Empfehlung.....	17
5.2 Vorauswahl mittels GESD-Technik.....	17
5.3 Transformation von Daten und Ausreißerprüfungen.....	18
5.3.1 Allgemeines.....	18
5.3.2 Ermittlung von Ausreißern nach der Vorauswahl.....	22
5.3.3 Einheitlichkeit der Wiederholbarkeit.....	22
5.3.4 Einheitlichkeit der Vergleichbarkeit.....	22
5.4 Eliminierung aller Daten (aus allen Laboren) für eine Probe.....	22
5.5 Schätzung von fehlenden oder eliminierten Ergebnissen.....	23
5.5.1 Eines von zwei Wiederholprüfergebnissen fehlt oder wurde eliminiert.....	23
5.5.2 Beide Wiederholprüfergebnisse fehlen oder wurden eliminiert.....	23
5.6 Ablehnungsprüfung auf Laborausreißer.....	24
5.7 Bestätigung der gewählten Transformation.....	24
5.7.1 Allgemeines.....	24
5.7.2 Identifizierung übermäßig einflussreicher Proben.....	24
6 Varianzanalyse, Berechnung und Angabe der Schätzwerte für die Präzision.....	25
6.1 Allgemeines.....	25
6.2 Varianzanalyse.....	25
6.2.1 Bildung der Summen der Quadrate der Abweichungen für die Labore × Proben-Wechselwirkungsquadratsumme.....	25
6.2.2 Bildung der Summe der Quadrate der Abweichungen für die genaue Varianzanalyse.....	26
6.2.3 Freiheitsgrade.....	27
6.2.4 Mittlere Quadrate der Abweichungen und Varianzanalyse.....	27
6.3 Erwartungswerte der mittleren Quadrate der Abweichungen und Berechnung der Schätzwerte für die Präzision.....	27

6.3.1	Erwartungswerte der mittleren Quadrate der Abweichungen ohne Schätzwerte	27
6.3.2	Erwartungswert für die mittleren Quadrate der Abweichungen mit Schätzwerten.....	28
6.3.3	Berechnung der Schätzwerte für die Präzision.....	29
6.4	Angabe der Schätzwerte für die Präzision eines Prüfverfahrens.....	30
6.5	Festlegung des Anwendungsbereichs des Prüfverfahrens	31
6.6	A₁) Anweisung zur Angabe von Grenzwerten für das Prüfverfahren A₁	32
7	Verhältnis R/r	32
Anhang A (normativ) Bestimmung der erforderlichen Anzahl an Proben		33
Anhang B (informativ) Ableitung der Gleichung für die Schätzung der für mindestens 30 Freiheitsgrade erforderlichen Anzahl an Laboren und Proben.....		35
B.1	Freiheitsgrade	35
B.2	Erläuterung für die als Mindestwert gewählte Anzahl von 30 Freiheitsgraden.....	36
Anhang C (normativ) Schreibweise und Prüfungen		37
C.1	Allgemeines.....	37
C.2	Aufstellung der Doppelbestimmungen	37
C.3	Aufstellung der Summen von Doppelbestimmungen.....	38
C.4	Summen der Quadrate der Abweichungen und Varianzen	38
C.5	Prüfung nach Cochran	39
C.6	Prüfung nach Hawkins.....	40
C.7	Varianz-Verhältnis-Prüfung (F -Prüfung)	42
Anhang D (normativ) Veranschaulichung von Verfahren unter Verwendung von Ringversuchsergebnissen für die Bromzahl und statistischen Tabellen.....		43
D.1	Ringversuchs-Daten für die Bromzahl und ihre Aufbereitung.....	43
D.2	Bestimmung der Transformation	44
D.3	Cochran-Prüfung	47
D.4	Hawkins-Prüfung	47
D.5	Cochran-Prüfung und Varianz-Verhältnis-Prüfung (F -Prüfung)	48
D.6	Schätzung von Werten, wenn ein Ergebnispaar fehlt oder eliminiert wurde	50
D.7	Hawkins-Prüfung auf Laborausreißer	50
D.8	Identifizierung übermäßig einflussreicher Proben — Berechnung der Cook-Distanz.....	51
D.9	Summe der Quadrate der Abweichungen.....	52
D.10	Bildung der Summe der Quadrate der Abweichungen für die genaue Varianzanalyse	54
D.11	Freiheitsgrade	54
D.12	Mittlere Quadrate der Abweichungen und Varianzanalyse - Prüfung auf systematische Abweichung zwischen Laboren	55
D.13	Erwartungswerte der mittleren Quadrate der Abweichungen mit Schätzwerten.....	55
D.14	Berechnung der Schätzwerte für die Präzision.....	56
D.14.1	Wiederholbarkeit (Verfahren in 6.3.3.1)	56
D.14.2	Vergleichbarkeit (Verfahren in 6.3.3.2).....	56
D.15	Kritische Werte für F	61
D.15.1	Darstellung allgemeiner Daten.....	61
D.15.2	Näherungsformel für kritische Werte von F	63
D.16	Kritische Werte der Normalverteilung	64
Anhang E (normativ) Formen der Abhängigkeit und entsprechende Transformationen		65
E.1	Formen der Abhängigkeit.....	65
E.2	Durchführung der Transformation	66
Anhang F (normativ) Gewichtete lineare Regressionsanalyse		71
F.1	Erklärung für den Gebrauch einer Scheinvariablen	71
F.2	Ableitung der Gewichtungsfaktoren für die Regressionsanalyse	72
F.3	Berechnungsverfahren für die Regressionsanalyse	73
F.4	Berechnungsbeispiel.....	75
Anhang G (normativ) Regeln für das Runden von Ergebnissen.....		78

Anhang H (normativ) GESD-Technik für das gleichzeitige Identifizieren mehrerer Ausreißer in einem Datensatz	80
H.1 Hintergrund	80
H.2 Anwendung des GESD-Identifizierungsverfahrens für Ausreißer in Ringversuchsdaten.....	80
Anhang I (informativ) Glossar	87
Literaturhinweise	91