

DIN EN ISO 4259-1:2021-05 (D)

Mineralölerzeugnisse - Präzision von Messverfahren und Ergebnissen - Teil 1:
Bestimmung der Präzisionsdaten von Prüfverfahren (ISO 4259-1:2017 + Amd 1:2019 +
Amd 2:2020); Deutsche Fassung EN ISO 4259-1:2017 + A1:2019 + A2:2020

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort.....	5
A1 Europäisches Vorwort der Änderung 1 A1	6
A2 Europäisches Vorwort der Änderung 2 A2	7
Vorwort.....	8
A1 Vorwort der Änderung 1 A1	9
A2 Vorwort der Änderung 2 A2	10
Einleitung.....	11
1 Anwendungsbereich.....	12
2 Normative Verweisungen.....	12
3 Begriffe.....	12
4 Planungsschritte für einen Ringversuch zur Bestimmung der Präzision eines Prüfverfahrens.....	16
4.1 Allgemeines.....	16
4.2 Erstellung eines Entwurfs für das Prüfverfahren.....	16
4.3 Planung einer Pilotstudie mit mindestens zwei Prüflaboren.....	16
4.4 Planung des Ringversuchs.....	16
4.5 Durchführung des Ringversuchs.....	18
5 Statistische Auswertung der Ringversuchs-Ergebnisse.....	19
5.1 Allgemeine Empfehlung.....	19
5.2 Vorauswahl mittels GESD-Technik.....	19
5.3 Transformation von Daten und Ausreißerprüfungen.....	20
5.3.1 Allgemeines.....	20
5.3.2 Ermittlung von Ausreißern nach der Vorauswahl.....	23
5.3.3 Einheitlichkeit der Wiederholbarkeit.....	23
5.3.4 Einheitlichkeit der Vergleichbarkeit.....	23
5.4 Eliminierung aller Daten (aus allen Laboren) für eine Probe.....	23
5.5 Schätzung von fehlenden oder eliminierten Ergebnissen.....	24
5.5.1 Eines von zwei Wiederholprüfergebnissen fehlt oder wurde eliminiert.....	24
5.5.2 Beide Wiederholprüfergebnisse fehlen oder wurden eliminiert.....	24
5.6 Ablehnungsprüfung auf Laborausreißer.....	25
5.7 Bestätigung der gewählten Transformation.....	25
5.7.1 Allgemeines.....	25
5.7.2 Identifizierung übermäßig einflussreicher Proben.....	25
6 Varianzanalyse, Berechnung und Angabe der Schätzwerte für die Präzision.....	26
6.1 Allgemeines.....	26
6.2 Varianzanalyse.....	26
6.2.1 Bildung der Summen der Quadrate der Abweichungen für die Labore × Proben-Wechselwirkungsquadratsumme.....	26
6.2.2 Bildung der Summe der Quadrate der Abweichungen für die genaue Varianzanalyse.....	27
6.2.3 Freiheitsgrade.....	28

6.2.4	Mittlere Quadrate der Abweichungen und Varianzanalyse	28
6.3	Erwartungswerte der mittleren Quadrate der Abweichungen und Berechnung der Schätzwerte für die Präzision	28
6.3.1	Erwartungswerte der mittleren Quadrate der Abweichungen ohne Schätzwerte	28
6.3.2	Erwartungswert für die mittleren Quadrate der Abweichungen mit Schätzwerten.....	29
6.3.3	Berechnung der Schätzwerte für die Präzision.....	30
6.4	Angabe der Schätzwerte für die Präzision eines Prüfverfahrens.....	31
6.5	Festlegung des Anwendungsbereichs des Prüfverfahrens.....	33
6.6	$\overline{A_1}$ Anweisung zur Angabe von Grenzwerten für das Prüfverfahren $\overline{A_1}$	34
7	Verhältnis R/r	34
Anhang A (normativ) Bestimmung der erforderlichen Anzahl an Proben		35
Anhang B (informativ) Ableitung der Gleichung für die Schätzung der für mindestens 30 Freiheitsgrade erforderlichen Anzahl an Laboren und Proben.....		37
B.1	Freiheitsgrade	37
B.2	Erläuterung für die als Mindestwert gewählte Anzahl von 30 Freiheitsgraden.....	38
Anhang C (normativ) Schreibweise und Prüfungen		39
C.1	Allgemeines.....	39
C.2	Aufstellung der Doppelbestimmungen	39
C.3	Aufstellung der Summen von Doppelbestimmungen.....	40
C.4	Summen der Quadrate der Abweichungen und Varianzen	41
C.5	Prüfung nach Cochran	42
C.6	Prüfung nach Hawkins.....	42
C.7	Varianz-Verhältnis-Prüfung (F -Prüfung)	44
Anhang D (normativ) Veranschaulichung von Verfahren unter Verwendung von Ringversuchsergebnissen für die Bromzahl und statistischen Tabellen.....		45
D.1	Ringversuchs-Daten für die Bromzahl und ihre Aufbereitung.....	45
D.2	Bestimmung der Transformation	46
D.3	Cochran-Prüfung	49
D.4	Hawkins-Prüfung	49
D.5	Cochran-Prüfung und Varianz-Verhältnis-Prüfung (F -Prüfung)	50
D.6	Schätzung von Werten, wenn ein Ergebnispaar fehlt oder eliminiert wurde	52
D.7	Hawkins-Prüfung auf Laborausreißer	52
D.8	Identifizierung übermäßig einflussreicher Proben — Berechnung der Cook-Distanz.....	53
D.9	Summe der Quadrate der Abweichungen.....	54
D.10	Bildung der Summe der Quadrate der Abweichungen für die genaue Varianzanalyse	55
D.11	Freiheitsgrade	56
D.12	Mittlere Quadrate der Abweichungen und Varianzanalyse – Prüfung auf systematische Abweichung zwischen Laboren	57
D.13	Erwartungswerte der mittleren Quadrate der Abweichungen mit Schätzwerten.....	57
D.14	Berechnung der Schätzwerte für die Präzision.....	58
D.14.1	Wiederholbarkeit (Verfahren in 6.3.3.1)	58
D.14.2	Vergleichbarkeit (Verfahren in 6.3.3.2).....	58
D.15	Kritische Werte für F	62
D.15.1	Darstellung allgemeiner Daten.....	62
D.15.2	Näherungsformel für kritische Werte von F	64
D.16	Kritische Werte der Normalverteilung	65
Anhang E (normativ) Formen der Abhängigkeit und entsprechende Transformationen		66
E.1	Formen der Abhängigkeit.....	66
E.2	Durchführung der Transformation	67
Anhang F (normativ) Gewichtete lineare Regressionsanalyse		72
F.1	Erklärung für den Gebrauch einer Scheinvariablen	72
F.2	Ableitung der Gewichtungsfaktoren für die Regressionsanalyse	73
F.3	Berechnungsverfahren für die Regressionsanalyse	74
F.4	Berechnungsbeispiel.....	76

Anhang G (normativ) Regeln für das Runden von Ergebnissen.....	79
Anhang H (normativ) GESD-Technik für das gleichzeitige Identifizieren mehrerer Ausreißer in einem Datensatz	81
H.1 Hintergrund	81
H.2 Anwendung des GESD-Identifizierungsverfahrens für Ausreißer in Ringversuchsdaten.....	81
Anhang I (informativ) Glossar	88
Literaturhinweise	92