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 〈A1〉 Anweisung zur Angabe von Grenzwerten für das Prüfverfahren 〈A1〉 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