DIN ISO 5725-2:2022-05 (D/E)

Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen - Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens (ISO 5725-2:2019); Text Deutsch und Englisch

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 (ISO 5725-2:2019); Text in German and English

Inhalt

Seite

Nationales Vorwort 7
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise 10
Vorwort 11
Einleitung 12
1 Anwendungsbereich 13
2 Normative Verweisungen 13
3 Begriffe 14
4 Symbole 14
5 Schätzwerte der Parameter im Grundmodell 16
6 Anforderungen an ein Präzisionsexperiment 17
6.1 Layout des Experiments 17
6.2 Rekrutierung der Labors 18
6.3 Vorbereitung des Materials 18
7 An einem Präzisionsversuch beteiligtes Personal 20
7.1 Versuchsgremium 20
7.2 Statistische Funktionen 20
7.3 Führungsaufgaben 20
7.4 Laborverantwortliche 21
7.5 Bearbeiter 22
8 Statistische Analyse des Präzisionsversuchs 23
8.1 Vorbemerkungen 23
8.2 Tabellarische Zusammenstellung der Ergebnisse sowie angewendete Darstellungsweise 23
8.2.1 Zellen 23
8.2.2 Überflüssige Daten 23
8.2.3 Fehlende Daten 24
8.2.4 Ausreißer 24
8.2.5 Ausreißerlabors 24
8.2.6 Fehlerhafte Daten 24
8.2.7 Prüfergebnisse ausgewogener einheitlicher Experimente 24
8.2.8 Zusammenstellung der Daten und Zwischenwerte 25
8.2.9 Ursprüngliche Ermittlungsergebnisse 25
8.2.10 Arithmetische Zellmittelwerte in einer Zelle (Formblatt B in Bild 2) 25
8.2.11 Maße für die Streuung innerhalb einer Zelle (Formblatt C in Bild 2) 25
8.2.12 Korrigierte oder als Ausreißer abgelehnte Daten 26
8.3 Ergebnisprüfung bezüglich Vereinbarkeit und Ausreißer 26

8.3.1 Ansätze für die Untersuchung von Daten ... 26
8.3.2 Grafische Vereinbarkeitsprüfungen ... 26
8.3.3 Numerische Methode der Ausreißerprüfung ... 29
8.3.4 Cochran-Test ... 30
8.3.5 Grubbs-Test ... 31
8.3.6 Wiederholte Prüfung für Mittelwert- und Datenpunktausreißer ... 34
8.3.7 Alternative Ausreißer-Prüf- und Testverfahren ... 34
8.4 Berechnung des Gesamtmittelwerts und der Varianzen ... 35
8.4.1 Auswertungsverfahren ... 35
8.4.2 Grunddaten ... 35
8.4.3 Nichtleere Zellen ... 35
8.4.4 Berechnung des Gesamtmittelwerts m ... 35
8.4.5 Berechnung der Varianzen ... 36
8.4.6 Alternative Berechnungsverfahren für Varianzen ... 37
8.4.7 Abhängigkeit der Varianzen von m ... 38
8.5 Feststellen einer funktionalen Beziehung zwischen Präzisionswerten s und dem arithmetischen Gesamtmittelwert m ... 38
8.5.1 Wahl der funktionalen Beziehung ... 38
8.5.2 Anpassungsbeziehungen I und II ... 39
8.5.3 Anpassung der Beziehung III ... 41
8.5.4 Anpassung der Beziehung IV ... 42
8.6 Statistische Analyse als schrittweises Verfahren ... 44
8.7 Bericht an das Versuchsgremium und vom Versuchsgremium zu treffende Entscheidungen ... 47
8.7.1 Bericht durch die statistische Fachkraft ... 47
8.7.2 Vom Versuchsgremium zu treffende Entscheidungen ... 49
8.7.3 Abschlussbericht ... 50

9 Statistische Tabellen ... 50

Anhang A (informativ) Anzahl der für eine Präzisionsschätzung erforderlichen Labors ... 58

Anhang B (informativ) Berechnungsvarianten für Varianzkomponenten ... 62
B.1 Berechnung auf der Basis einer ANOVA-Tabelle der einfachen Varianzanalyse ... 62
B.2 Berechnung des Restricted Maximum Likelihood-Verfahrens (REML) ... 62

Anhang C (informativ) Beispiele der statistischen Analyse von Präzisionsexperimenten ... 65
C.1 Beispiel 1: Ermittlung des Schwefelgehalts von Kohle (mehrere Merkmalsniveaus ohne fehlende Daten oder Ausreißerdaten) ... 65
C.1.1 Hintergrund ... 65
C.1.2 Ursprüngliche Daten ... 65
C.1.3 Berechnung der Zellenmittelwerte, $\bar{y}_{ij}$ ... 66
C.1.4 Berechnung der Standardabweichungen, s_{ij} ... 66
C.1.5 Vereinbarkeits- und Ausreißerprüfung ... 67
C.1.6 Berechnung von m_j, s_{rj} und s_{Rj} ... 73
C.1.7 Abhängigkeit der Präzision von m ... 74
C.1.8 Schlussfolgerungen ... 74
C.1.9 Alternative Berechnung ... 74
C.2 Beispiel 2: Erweichungspunkt von Pech (mehrere Merkmalsniveaus mit fehlenden Daten) ... 75
C.2.1 Hintergrund ... 75
C.2.2 Ursprüngliche Daten ... 75
C.2.3 Arithmetische Mittelwerte einer Zelle ... 76
C.2.4 Absolute Differenzen innerhalb der Zellen ... 78
C.2.5 Untersuchung auf Vereinbarkeit und Ausreißer ... 80
C.2.6 Berechnung von m_j, s_{rj} und s_{Rj} ... 80
C.2.7 Abhängigkeit der Präzision von m ... 81
C.2.8 Zusammenfassung ... 81
C.2.9 Alternative Berechnung ... 81

C.3 Beispiel 3: Thermometrische Titration von Kreosotöl (mehrere Merkmalsniveaus mit Ausreißerwerten) ... 82
C.3.1 Hintergrund ... 82
C.3.2 Ursprüngliche Daten ... 82
C.3.3 Arithmetische Mittelwerte einer Zelle ... 83
C.3.4 Absolute Differenzen innerhalb der Zellen ... 84
C.3.5 Vereinbarkeits- und Ausreißerprüfung ... 84
C.3.6 Berechnung von $\overline{m}$, s_{rj} und s_{Rj} ... 87
C.3.7 Abhängigkeit der Präzision von m ... 87
C.3.8 Alternative Berechnung ... 88

Anhang D (informativ) Berechnung kritischer Werte und Indikatoren ... 89
D.1 Berechnung kritischer Werte für den Cochran-Test ... 89
D.2 Berechnung kritischer Werte für den Grubbs-Test ... 89
D.2.1 Einzelner Ausreißer ... 89
D.2.2 Zwei Ausreißer ... 90
D.3 Berechnung der Indikatoren für Mandels Vereinbarkeits-Prüfgrößen h und k ... 91
D.3.1 Mandels Vereinbarkeits-Prüfgröße h ... 91
D.3.2 Mandels Vereinbarkeits-Prüfgröße k ... 91

Literaturhinweise ... 93

Bilder

Bild 1 — Anwendungs-Fragebogen für einen Ringversuch ... 19

Bild 2 — Empfohlene Formblätter für die Zusammenstellung von Ergebnissen zur Analyse ... 28

Bild 3 — Flussdiagramm der Hauptschritte der statistischen Analyse ... 49

Bild A.1 — Betrag, um den s_r erwartungsgemäß von dem wahren Wert innerhalb eines Wahrscheinlichkeitsniveaus von 95 % abweichen wird ... 60

Bild A.2 — Betrag, um den s_R erwartungsgemäß von dem wahren Wert innerhalb einer Wahrscheinlichkeit von 95 % abweichen wird ... 61

Bild C.1 — Schwefelgehalt von Kohle, Probe 1 ... 68

Bild C.2 — Schwefelgehalt von Kohle, Probe 2 ... 69

Bild C.3 — Schwefelgehalt von Kohle, Probe 3 ... 70

Bild C.4 — Schwefelgehalt von Kohle, Probe 4 ... 71

Bild C.5 — Erweichungstemperatur von Pech — Zellenmittelwerte ... 78

Bild C.6 — Erweichungstemperatur von Pech — Absolute Differenzen innerhalb der Zellen ... 79

Bild C.7 — Titration von Kreosotöl — Mandels Vereinbarkeits-Prüfgröße h zwischen den Labors, gruppiert für die Labors dargestellt ... 85

Bild C.8 — Titration von Kreosotöl — Mandels Vereinbarkeits-Prüfgröße k innerhalb der Labors, gruppiert für die Labors dargestellt ... 86

Bild C.9 — Grafische Darstellung von s_{rj} und s_{Rj} gegen $\overline{m}$, nach den Werten aus Tabelle C.18, welche die nach 8.5 an diese Daten angepassten funktionalen Beziehungen I bis IV abbildet ... 88

Tabellen

Tabelle 1 — Beziehung I, $s = bm$ 43

Tabelle 2 — Beziehung II, $s = a + bm$ 43

Tabelle 3 — Beziehung III, $s^2 = a_v^2 + (b_v m)^2$ 44

Tabelle 4 — Beziehung IV, $\lg s = c + d \lg m$ 44

Tabelle 5 — Kritische Werte für den Cochran-Test 50

Tabelle 6 — Kritische Werte für den Grubbs-Test 52

Tabelle 7 — Indikatoren für die Mandels Vereinbarkeits-Prüfgrößen h und k auf dem Signifikanzniveau von 1 % 54

Tabelle 8 — Indikatoren für die Mandels Vereinbarkeits-Prüfgrößen h und k auf dem Signifikanzniveau von 5 % 56

Tabelle A.1 — Werte der Schätzwertunsicherheit der Wiederhol- und Vergleichstandardabweichungen 59

Tabelle B.1 — Layout einer Einweg-ANOVA-Tabelle 62

Tabelle C.1 — Ursprungsdaten — Schwefelgehalt von Kohle (Massenanteil, %) 66

Tabelle C.2 — Zellenmittelwerte — Schwefelgehalt von Kohle (Massenanteil, %) 67

Tabelle C.3 — Standardabweichungen — Schwefelgehalt von Kohle (Massenanteil, %) 67

Tabelle C.4 — Anwendung des Grubbs-Tests auf Zellenmittelwerte 71

Tabelle C.5 — Berechnete Werte von m, s_{rj} und s_{Rj} für den Schwefelgehalt von Kohle 74

Tabelle C.6 — REML-Schätzwerte von m, s_{rj} und s_{Rj} für den Schwefelgehalt von Kohle 75

Tabelle C.7 — Ursprüngliche Daten — Erweichungstemperatur von Pech (°C) 76

Tabelle C.8 — Zellenmittelwerte — Erweichungstemperatur von Pech (°C) 77

Tabelle C.9 — Absolute Differenzen innerhalb der Zellen — Erweichungstemperatur von Pech (°C) 78

Tabelle C.10 — Werte der Cochran-Prüfgröße, C 79

Tabelle C.11 — Anwendung des Grubbs-Tests auf Zellenmittelwerte 79

Tabelle C.12 — Berechnete Werte von m, s_{rj} und s_{Rj} für die Erweichungstemperatur von Pech 81

Tabelle C.13 — REML-Schätzwerte von m, s_{rj} und s_{Rj} für die Erweichungstemperatur von Pech 82

Tabelle C.14 — Ursprüngliche Daten — Thermometrische Titration von Kreosotöl 83

Tabelle C.15 — Zellenmittelwerte — Thermometrische Titration von Teeröl 83

Tabelle C.16 — Zellenbereiche — Thermometrische Titration von Kreosotöl 84

Tabelle C.17 — Anwendung des Grubbs-Tests auf Zellenmittelwerte..... 86

Tabelle C.18 — Berechnete Werte von m, s_{rj} und s_{Rj} für die thermometrische Titration von Kreosotöl 87

Tabelle C.19 — REML-Schätzwerte von m, s_{rj} und s_{Rj} für die thermometrische Titration von Teeröl 88

Tabelle D.1 — Koeffizienten für die kritischen Werte des Grubbs-Tests 91

Contents

Page

Foreword ..... **v**

Introduction ..... **vi**

1 Scope **1**

2 Normative references **2**

3 Terms and definitions **2**

4 Symbols **2**

5 Estimates of the parameters in the basic model **4**

6 Requirements for a precision experiment **5**
6.1 Layout of the experiment 5
6.2 Recruitment of the laboratories 6
6.3 Preparation of the materials 6

7 Personnel involved in a precision experiment **7**
7.1 Panel 7
7.2 Statistical functions 8
7.3 Executive functions 8
7.4 Supervisors 9
7.5 Operators 10

8 Statistical analysis of a precision experiment **10**
8.1 Preliminary considerations 10
8.2 Tabulation of the results and notation used 11
8.2.1 Cells 11
8.2.2 Redundant data 11
8.2.3 Missing data 11
8.2.4 Outliers 11
8.2.5 Outlying laboratories 11
8.2.6 Erroneous data 11
8.2.7 Balanced uniform-level test results 11
8.2.8 Collation of data and intermediate values 12
8.2.9 Original test results 12
8.2.10 Cell means (Form B of Figure 2) 12
8.2.11 Measures of cell spread (Form C of Figure 2) 12
8.2.12 Corrected or rejected data 13
8.3 Scrutiny of results for consistency and outliers 13
8.3.1 Approaches for scrutiny of data 13
8.3.2 Graphical consistency technique 13
8.3.3 Numerical outlier technique 16
8.3.4 Cochran's test 16
8.3.5 Grubbs' tests 18
8.3.6 Repeated testing for outlying means or outlying data points 20
8.3.7 Alternative outlier inspection and test methods 20
8.4 Calculation of the general mean and variances 20
8.4.1 Method of analysis 20
8.4.2 Basic data 21
8.4.3 Non-empty cells 21
8.4.4 Calculation of the general mean, $\hat{m}$ 21
8.4.5 Calculation of variances 21
8.4.6 Alternative calculation methods for variances 22
8.4.7 Dependence of the variances upon m 23
8.5 Establishing a functional relationship between precision values, s, and the mean level, m 23
8.5.1 Choice of functional relationship 23

8.5.2 Fitting relationships I and II 24
8.5.3 Fitting relationship III 25
8.5.4 Fitting relationship IV 26
8.6 Statistical analysis as a step-by-step procedure 28
8.7 Report to the panel and decisions to be taken by the panel 30
8.7.1 Report by the statistical expert 30
8.7.2 Decisions to be taken by the panel 32
8.7.3 Full report 33
9 Statistical tables 33
Annex A (informative) **Number of laboratories required for an estimate of precision 38**
Annex B (informative) **Alternative calculations of variance components 41**
Annex C (informative) **Examples of the statistical analysis of precision experiments 44**
Annex D (informative) **Calculation of critical values and indicators 66**
Bibliography 69