

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_{ij} , 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_{ij} , 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}_j , 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}_j 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_j , s_{rj} und s_{Rj} für den Schwefelgehalt von Kohle	74
Tabelle C.6 — REML-Schätzwerte von m_j , 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_j , s_{rj} und s_{Rj} für die Erweichungstemperatur von Pech	81
Tabelle C.13 — REML-Schätzwerte von m_j , 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 \bar{m}_j, s_{Rj} und s_{Rj} für die thermometrische Titration von Kreosotöl	87
Tabelle C.19 — REML-Schätzwerte von \bar{m}_j, 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