

DIN ISO 13528:2025-07 (D/E)

Statistische Verfahren für Eignungsprüfungen durch Vergleiche zwischen Laboratorien (ISO 13528:2022); Text Deutsch und Englisch

Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison (ISO 13528:2022); Text in German and English

Inhalt	Seite
Nationales Vorwort	7
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	9
Vorwort	10
0 Einleitung.....	11
0.1 Zweck von Eignungsprüfungen.....	11
0.2 Begründung für die Bewertung durch Scores in Eignungsprüfungsprogrammen.....	11
0.3 ISO 13528 und ISO/IEC 17043	11
0.4 Statistischer Sachverstand	12
0.5 Computersoftware	12
1 Anwendungsbereich.....	14
2 Normative Verweisungen	14
3 Begriffe	14
4 Allgemeine Grundsätze	18
4.1 Allgemeine Anforderungen an statistische Verfahren.....	18
4.2 Grundmodell.....	18
4.3 Allgemeine Ansätze für die Leistungsbewertung	19
5 Leitlinien für das statistische Modell von Eignungsprüfungsprogrammen	19
5.1 Einleitung zum statistischen Modell von Eignungsprüfungsprogrammen.....	19
5.2 Grundlage eines statistischen Modells	20
5.3 Überlegungen zur statistischen Verteilung der Ergebnisse	21
5.4 Überlegungen für kleine Teilnehmeranzahlen	22
5.5 Leitlinien zur Auswahl des Berichtsformats	22
5.5.1 Allgemeine Anforderungen an das Berichtsformat.....	22
5.5.2 Berichte über Wiederholmessungen	23
5.5.3 Berichte von „kleiner als“ oder „größer als“ ein Grenzwert (zensierte Daten)	23
5.5.4 Anzahl der signifikanten Stellen	24
6 Leitlinien für die anfängliche Überprüfung von Eignungsprüfungsgegenständen und von Ergebnissen	24
6.1 Homogenität und Stabilität von Eignungsprüfungsgegenständen.....	24
6.2 Betrachtungen zu verschiedenen Messverfahren	26
6.3 Entfernung grober Fehler	26
6.4 Visuelle Überprüfung von Daten	27
6.5 Robuste statistische Verfahren.....	27
6.6 Ausreißertechniken für Einzelergebnisse	28
7 Bestimmung des zugewiesenen Werts und seiner Standardunsicherheit	29
7.1 Auswahl des Verfahrens zur Bestimmung des zugewiesenen Werts	29
7.2 Bestimmung der Unsicherheit des zugewiesenen Werts.....	29
7.3 Bekannte Zusammensetzung aus der Probenherstellung.....	30
7.4 Zertifiziertes Referenzmaterial	31

7.5	Ergebnisse aus einem einzelnen Laboratorium.....	32
7.6	Konsenswert von Expertenlaboratorien.....	33
7.7	Konsenswert aus Teilnehmerergebnissen	34
7.8	Vergleich des zugewiesenen Werts mit einem unabhängigen Referenzwert.....	35
8	Bestimmung von Kriterien für die Leistungsbewertung.....	36
8.1	Ansätze für die Bestimmung von Bewertungskriterien	36
8.2	Bestimmung anhand von Expertenangaben.....	37
8.3	Bestimmung anhand von Erfahrungen aus früheren Runden eines Eignungsprüfungsprogramms	37
8.4	Bestimmung anhand eines allgemeinen Modells	38
8.5	Bestimmung anhand der Wiederhol- und Vergleichstandardabweichungen aus einem früheren Vergleich zwischen Laboratorien zur Präzision eines Messverfahrens	38
8.6	Werte aus Daten, die in derselben Runde eines Eignungsprüfungsprogramms erzielt wurden.....	39
8.7	Überwachung der Übereinstimmung zwischen Laboratorien	40
9	Berechnung von Leistungskenngrößen.....	41
9.1	Allgemeine Betrachtungen zur Leistungsbestimmung.....	41
9.2	Begrenzung der Unsicherheit des zugewiesenen Werts	41
9.3	Schätzwerte der Abweichung (Messabweichung).....	42
9.4	z-Scores.....	43
9.5	z'-Scores	44
9.6	Zeta-Scores (ζ)	46
9.7	E_n -Scores.....	47
9.8	Bewertung der Teilnehmerunsicherheiten bei der Prüfung	48
9.9	Kombinierte Leistungs-Scores	49
10	Graphische Verfahren zur Beschreibung von Leistungs-Scores	50
10.1	Anwendung graphischer Verfahren.....	50
10.2	Histogramme von Ergebnissen oder Leistungs-Scores.....	50
10.3	Kerndichtediagramme	51
10.4	Säulendiagramme von standardisierten Leistungs-Scores	52
10.5	Youden-Diagramm.....	53
10.6	Diagramme von Wiederholstandardabweichungen.....	54
10.7	Geteilte Proben	55
10.8	Graphische Verfahren zur Kombination von Leistungs-Scores über mehrere Runden eines Eignungsprüfungsprogramms	55
11	Planung und Analyse von qualitativen Eignungsprüfungsprogrammen (einschließlich nominaler und ordinaler Eigenschaften)	56
11.1	Arten von qualitativen Daten	56
11.2	Statistisches Modell.....	57
11.3	Zugewiesene Werte für qualitative Eignungsprüfungsprogramme	58
11.4	Leistungsbewertung und Bewertung durch Scores bei qualitativen Eignungsprüfungsprogrammen	60
Anhang A (normativ) Symbole und Abkürzungen		62
Anhang B (informativ) Homogenität und Stabilität von Eignungsprüfungsgegenständen		64
B.1	Allgemeines Verfahren zur Homogenitätsprüfung	64
B.2	Beurteilungskriterien für eine Homogenitätsprüfung	64
B.3	Formeln für die Homogenitätsprüfung	67
B.4	Verfahren zur Stabilitätsprüfung.....	69
B.4.1	Allgemeine Betrachtungen zur Stabilitätsprüfung.....	69
B.4.2	Verfahren zur Stabilitätsprüfung im Verlauf einer Eignungsprüfungsrunde	70
B.5	Beurteilungskriterium für eine Stabilitätsprüfung	71
B.6	Stabilität unter Transportbedingungen	72
Anhang C (informativ) Robuste Analyse		73
C.1	Allgemeines.....	73

C.2	Einfache ausreißerresistente Schätzfunktionen für den Mittelwert und die Standardabweichung der Grundgesamtheit.....	73
C.2.1	Median	73
C.2.2	Skalierter Median der absoluten Abweichungen MAD _e	74
C.2.3	Normierter Interquartilsabstand nIQR.....	74
C.3	Robuste Analyse: Algorithmus A	75
C.3.1	Algorithmus A mit iterierter Skala	75
C.3.2	Varianten von Algorithmus A	76
C.4	Robuste Analyse: Algorithmus S.....	76
C.5	Rechenintensive robuste Schätzfunktionen: Q-Verfahren und Hampel-Schätzer	78
C.5.1	Begründung für rechenintensive Schätzfunktionen.....	78
C.5.2	Bestimmung einer robusten Standardabweichung unter Anwendung von Q- und Q _n -Verfahren	79
C.5.3	Bestimmung eines robusten Mittelwerts mit dem Hampel-Schätzer.....	82
C.5.4	Q/Hampel-Verfahren	84
C.6	Andere robuste Verfahren.....	85
Anhang D (informativ) Zusätzlicher Leitfaden zu statistischen Verfahren		86
D.1	Verfahren für kleine Teilnehmeranzahlen	86
D.1.1	Allgemeine Überlegungen	86
D.1.2	Verfahren zur Ausreißererkennung.....	86
D.1.3	Verfahren für lagebezogene Schätzwerte.....	87
D.1.4	Verfahren für Schätzwerte der Streuung.....	87
D.2	Effizienz und Bruchpunkte für robuste Verfahren.....	88
D.2.1	Verschiedene statistische Schätzer (z. B. robuste Verfahren) können anhand von drei Schlüsselmerkmalen verglichen werden:	88
D.2.2	Bruchpunkt	88
D.2.3	Relative Effizienz	89
D.3	Verwendung von Eignungsprüfdaten zur Bewertung der Vergleich- und Wiederholpräzision eines Messverfahrens	90
Anhang E (informativ) Erläuternde Beispiele		92
E.1	Wirkung von zensierten Werten (siehe 5.5.3.3)	92
E.2	Homogenitäts- und Stabilitätsprüfung — Arsen (As) in Schokolade (siehe 6.1).....	93
E.3	Umfassendes Beispiel für Atrazin in Trinkwasser	95
E.4	Umfassendes Beispiel für Quecksilber in Tierfutter.....	99
E.5	Referenzwert von einem einzelnen Laboratorium: Los-Angeles-Wert von Zuschlagstoffen (siehe 7.5)	102
E.6	Beispiel für ein Bootstrap-Verfahren für coliforme Bakterien in Lebensmittelproben (siehe 7.7.6).....	104
E.7	Vergleich von Referenzwert und Konsens-Mittelwert (siehe 7.8)	105
E.8	Bestimmung von Bewertungskriterien durch Erfahrung mit früheren Runden: Toxaphen in Trinkwasser (siehe 8.3)	105
E.9	Anhand eines allgemeinen Modells: Horwitz-Gleichung (siehe 8.4)	108
E.10	Bestimmung der Leistung aus einem Präzisionsversuch: Bestimmung des Zementgehalts von Festbeton (siehe 8.5).....	108
E.11	Säulendiagramme von standardisierten systematischen Abweichungskomponenten: Antikörperkonzentrationen (siehe 10.4).....	108
E.12	Youden-Diagramm — Antikörper-Konzentrationen (siehe 10.5).....	109
E.13	Diagramm der Wiederholstandardabweichungen: Antikörper-Konzentrationen (siehe 10.6).....	112
E.14	Graphische Verfahren zur Rückverfolgung der Leistung über die Zeit (siehe 10.8).....	114
E.15	Qualitative Datenanalyse; Beispiel für eine Ordinalgröße: Hautreaktion auf ein Kosmetikum (siehe Abschnitt 11)	116
Anhang F (informativ) Beispiel für einen Computercode zur Darstellung und Resampling-Analyse („Bootstrapping“) von Ergebnissen aus Eignungsprüfungen		118
Literaturhinweise		119

Bilder

Bild E.1 — Nach Rang geordnete Teilnehmerergebnisse für Atrazin (Daten nach Tabelle E.4)	97
Bild E.2 — Histogramm der Teilnehmerergebnisse	97
Bild E.3 — Kerndichtediagramm für Teilnehmerergebnisse	98
Bild E.4 — Zusammenfassung von robusten Kenngrößen nach Tabelle E.5	99
Bild E.5 — Teilnehmerergebnisse und Unsicherheiten für Ergebnisse in IMEP 111 (Daten nach Tabelle E.6)	101
Bild E.6 — Kerndichtediagramm für Teilnehmerergebnisse	102
Bild E.7 — Kerndichtediagramm für Teilnehmerergebnisse	105
Bild E.8 — Relative Standardabweichung von Teilnehmerergebnissen (%) verglichen mit dem zugewiesenen Wert ($\mu\text{g/l}$)	107
Bild E.9 — Teilnehmer-Standardabweichung ($\mu\text{g/l}$) verglichen mit dem zugewiesenen Wert ($\mu\text{g/l}$)	107
Bild E.10 — Säulendiagramm der z-Scores (4,0 bis -4,0) für eine Runde eines Eignungsprüfungsprogramms, während der die Teilnehmer Konzentrationen dreier allergenspezifischer IgE-Antikörper bestimmten	109
Bild E.11 — Youden-Diagramm der z-Scores nach Tabelle E.10	110
Bild E.12 — Diagramm von Standardabweichungen über Mittelwerten für 25 Teilnehmer (Daten nach Tabelle E.10)	113
Bild E.13 — Leistungs-Scores für jede Runde des Eignungsprüfungsprogramms (Daten nach Tabelle E.12)	115
Bild E.14 — Leistungs-Scores für verschiedene Niveaus der Messgröße	115
Bild E.15 — Säulendiagramm von prozentualen Reaktionen auf zwei Eignungsprüfungsgegenstände für die Hautreizung — # Modus, @ Median	117

Tabellen

Tabelle B.1 — Faktoren F_1 und F_2 zur Verwendung in der Prüfung auf ausreichende Homogenität	66
Tabelle C.1 — Für die robuste Auswertung notwendige Faktoren: Algorithmus S	77
Tabelle C.2 — Korrekturfaktor b_p für $2 \leq p \leq 12$	80
Tabelle D.1 — Bruchpunkte für Schätzwerte des Mittelwerts und der Standardabweichung (Anteil von Ausreißern, der zum Versagen des Schätzers führen kann)	89

Tabelle D.2 — Relative Effizienz von robusten Schätzern für Mittelwert und Standardabweichung der Grundgesamtheit für normalverteilte Datensätze mit $n = 50$ oder 500 Teilnehmer.....	90
Tabelle E.1 — Stichprobendatensatz mit zensierten (<)-Ergebnissen und drei Wahlmöglichkeiten für entsprechende Ergebnisse	92
Tabelle E.2 — Homogenitätsdaten für Eignungsprüfungsgegenstände für Arsen in Schokolade	93
Tabelle E.3 — Stabilitätsdaten für Eignungsprüfungsgegenstände für Arsen in Schokolade	94
Tabelle E.4 — Berechnung des robusten Mittelwerts und der robusten Standardabweichung für Atrazin in Trinkwasser	95
Tabelle E.5 — Zusammenfassende Kenngrößen für das Atrazin-Beispiel	98
Tabelle E.6 — Eignungsprüfungsergebnisse von 24 Teilnehmern an der IMEP 111-Untersuchung..	100
Tabelle E.7 — Leistungskenngrößen nach verschiedenen Verfahren.....	102
Tabelle E.8 — Berechnung der mittleren Differenz zwischen einem ZRM und einem Eignungsprüfungsgegenstand und der Standardunsicherheit dieser Differenz.....	103
Tabelle E.9 — Eignungsprüfungsrunden für Toxaphen in Trinkwasser und $p \geq 20$ Ergebnisse.....	106
Tabelle E.10 — Daten und Berechnungen zu Antikörperkonzentrationen für zwei ähnliche Allergene	111
Tabelle E.11 — Konzentrationen bestimmter Antikörper in Serum-Eignungsprüfungsgegenständen (vier Wiederholbestimmungen an einem Eignungsprüfungsgegenstand je Teilnehmer)	112
Tabelle E.12 — P_A-Scores für 5 Runden eines Eignungsprüfungsprogramms, jeweils mit 3 Eignungsprüfungsgegenständen für Kalium in Serum	114
Tabelle E.13 — Ergebnisse für zwei Eignungsprüfungsgegenstände, Hautreizung	116