DIN EN ISO 4259-1:2020-02 (D)

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

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort 5

A1 Europäisches Vorwort der Änderung A1 6

Vorwort 7

A1 Vorwort der Änderung A1 8

Einleitung 9

1 Anwendungsbereich 10

2 Normative Verweisungen 10

3 Begriffe 10

4 Planungsschritte für einen Ringversuch zur Bestimmung der Präzision eines Prüfverfahrens 14
4.1 Allgemeines 14
4.2 Erstellung eines Entwurfs für das Prüfverfahren 14
4.3 Planung einer Pilotstudie mit mindestens zwei Prüflaboren 14
4.4 Planung des Ringversuchs 14
4.5 Durchführung des Ringversuchs 16

5 Statistische Auswertung der Ringversuchs-Ergebnisse 17
5.1 Allgemeine Empfehlung 17
5.2 Vorauswahl mittels GESD-Technik 17
5.3 Transformation von Daten und Ausreißerprüfungen 18
5.3.1 Allgemeines 18
5.3.2 Ermittlung von Ausreißern nach der Vorauswahl 22
5.3.3 Einheitlichkeit der Wiederholbarkeit 22
5.3.4 Einheitlichkeit der Vergleichbarkeit 22
5.4 Eliminierung aller Daten (aus allen Laboren) für eine Probe 22
5.5 Schätzung von fehlenden oder eliminierten Ergebnissen 23
5.5.1 Eines von zwei Wiederholprüfergebnissen fehlt oder wurde eliminiert 23
5.5.2 Beide Wiederholprüfergebnisse fehlen oder wurden eliminiert 23
5.6 Ablehnungsprüfung auf Laborausreißer 24
5.7 Bestätigung der gewählten Transformation 24
5.7.1 Allgemeines 24
5.7.2 Identifizierung übermäßig einflussreicher Proben 24

6 Varianzanalyse, Berechnung und Angabe der Schätzwerte für die Präzision 25
6.1 Allgemeines 25
6.2 Varianzanalyse 25
6.2.1 Bildung der Summen der Quadrate der Abweichungen für die Labore × Proben-Wechselwirkungsquadratsumme 25
6.2.2 Bildung der Summe der Quadrate der Abweichungen für die genaue Varianzanalyse 26
6.2.3 Freiheitsgrade 27
6.2.4 Mittlere Quadrate der Abweichungen und Varianzanalyse 27
6.3 Erwartungswerte der mittleren Quadrate der Abweichungen und Berechnung der Schätzwerte für die Präzision 27

6.3.1 Erwartungswerte der mittleren Quadrate der Abweichungen ohne Schätzwerte 27
6.3.2 Erwartungswert für die mittleren Quadrate der Abweichungen mit Schätzwerten 28
6.3.3 Berechnung der Schätzwerte für die Präzision 29
6.4 Angabe der Schätzwerte für die Präzision eines Prüfverfahrens 30
6.5 Festlegung des Anwendungsbereichs des Prüfverfahrens 31
6.6 A1 Anweisung zur Angabe von Grenzwerten für das Prüfverfahren A1 32

7 Verhältnis R/r 32

Anhang A (normativ) Bestimmung der erforderlichen Anzahl an Proben 33

Anhang B (informativ) Ableitung der Gleichung für die Schätzung der für mindestens 30 Freiheitsgrade erforderlichen Anzahl an Laboren und Proben 35
B.1 Freiheitsgrade 35
B.2 Erläuterung für die als Mindestwert gewählte Anzahl von 30 Freiheitsgraden 36

Anhang C (normativ) Schreibweise und Prüfungen 37
C.1 Allgemeines 37
C.2 Aufstellung der Doppelbestimmungen 37
C.3 Aufstellung der Summen von Doppelbestimmungen 38
C.4 Summen der Quadrate der Abweichungen und Varianzen 38
C.5 Prüfung nach Cochran 39
C.6 Prüfung nach Hawkins 40
C.7 Varianz-Verhältnis-Prüfung (*F*-Prüfung) 42

Anhang D (normativ) Veranschaulichung von Verfahren unter Verwendung von Ringversuchsergebnissen für die Bromzahl und statistischen Tabellen 43
D.1 Ringversuchs-Daten für die Bromzahl und ihre Aufbereitung 43
D.2 Bestimmung der Transformation 44
D.3 Cochran-Prüfung 47
D.4 Hawkins-Prüfung 47
D.5 Cochran-Prüfung und Varianz-Verhältnis-Prüfung (*F*-Prüfung) 48
D.6 Schätzung von Werten, wenn ein Ergebnispaar fehlt oder eliminiert wurde 50
D.7 Hawkins-Prüfung auf Laborausreißer 50
D.8 Identifizierung übermäßig einflussreicher Proben — Berechnung der Cook-Distanz 51
D.9 Summe der Quadrate der Abweichungen 52
D.10 Bildung der Summe der Quadrate der Abweichungen für die genaue Varianzanalyse 54
D.11 Freiheitsgrade 54
D.12 Mittlere Quadrate der Abweichungen und Varianzanalyse – Prüfung auf systematische Abweichung zwischen Laboren 55
D.13 Erwartungswerte der mittleren Quadrate der Abweichungen mit Schätzwerten 55
D.14 Berechnung der Schätzwerte für die Präzision 56
D.14.1 Wiederholbarkeit (Verfahren in 6.3.3.1) 56
D.14.2 Vergleichbarkeit (Verfahren in 6.3.3.2) 56
D.15 Kritische Werte für *F* 61
D.15.1 Darstellung allgemeiner Daten 61
D.15.2 Näherungsformel für kritische Werte von *F* 63
D.16 Kritische Werte der Normalverteilung 64

Anhang E (normativ) Formen der Abhängigkeit und entsprechende Transformationen 65
E.1 Formen der Abhängigkeit 65
E.2 Durchführung der Transformation 66

Anhang F (normativ) Gewichtete lineare Regressionsanalyse 71
F.1 Erklärung für den Gebrauch einer Scheinvariablen 71
F.2 Ableitung der Gewichtungsfaktoren für die Regressionsanalyse 72
F.3 Berechnungsverfahren für die Regressionsanalyse 73
F.4 Berechnungsbeispiel 75

Anhang G (normativ) Regeln für das Runden von Ergebnissen 78

Anhang H (normativ) GESD-Technik für das gleichzeitige Identifizieren mehrerer Ausreißer in einem Datensatz 80
H.1 Hintergrund 80
H.2 Anwendung des GESD-Identifizierungsverfahrens für Ausreißer in Ringversuchsdaten 80
Anhang I (informativ) Glossar 87
Literaturhinweise 91