

# E DIN ISO 5725-2:2020-10 (D/E)

Erscheinungsdatum: 2020-09-11

**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**

---

<b>Inhalt</b>	<b>Seite</b>
Nationales Vorwort . . . . .	6
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise . . . . .	7
Vorwort . . . . .	8
Einleitung . . . . .	9
1 Anwendungsbereich . . . . .	10
2 Normative Verweisungen . . . . .	10
3 Begriffe . . . . .	11
4 Symbole . . . . .	11
5 Schätzwerte der Parameter im grundlegenden Modell . . . . .	13
6 Anforderungen an ein Genauigkeitsexperiment . . . . .	14
6.1 Layout des Experiments . . . . .	14
6.2 Rekrutierung der Labore . . . . .	15
6.3 Vorbereitung des Materials . . . . .	15
7 An einem Genauigkeitsexperiment beteiligtes Personal . . . . .	16
7.1 Prüfergruppe . . . . .	16
7.2 Statistische Funktionen . . . . .	17
7.3 Exekutive Funktionen . . . . .	17
7.4 Versuchsleiter . . . . .	18
7.5 Bediener . . . . .	19
8 Statistische Analyse des Genauigkeitsexperiments . . . . .	19
8.1 Vorbemerkungen . . . . .	19
8.2 Tabellierung der Ergebnisse und verwendete Bezeichnung . . . . .	20
8.2.1 Zellen . . . . .	20
8.2.2 Redundante Daten . . . . .	20
8.2.3 Fehlende Daten . . . . .	20
8.2.4 Ausreißer . . . . .	20
8.2.5 Labore mit Ausreißern . . . . .	20
8.2.6 Fehlerhafte Daten . . . . .	20
8.2.7 Prüfergebnisse symmetrischer einheitlicher Experimente . . . . .	21
8.2.8 Zusammenstellung der Daten und Zwischenwerte . . . . .	21
8.2.9 Ursprüngliche Prüfergebnisse . . . . .	21
8.2.10 Zellenmittelwerte (Formular B in Bild 2) . . . . .	21
8.2.11 Messwerte des Zell-Spreads (Formular C aus Bild 2) . . . . .	21
8.2.12 Korrigierte oder abgelehnte Daten . . . . .	22
8.3 Untersuchung der Ergebnisse auf Konsistenz und Ausreißer . . . . .	22
8.3.1 Ansätze für die Untersuchung von Daten . . . . .	22
8.3.2 Grafisches Konsistenzverfahren . . . . .	22
8.3.3 Numerisches Ausreißerverfahren . . . . .	25
8.3.4 Cochran-Prüfung . . . . .	26
8.3.5 Grubbs-Prüfungen . . . . .	28
8.3.6 Wiederholte Prüfung für Mittelwert- und Datenpunktausreißer . . . . .	30
8.3.7 Alternative Ausreißer-Prüfung und Prüfverfahren . . . . .	30
8.4 Berechnung des allgemeinen Mittelwerts und der Varianzen . . . . .	30
8.4.1 Analyseverfahren . . . . .	30
8.4.2 Ausgangsdaten . . . . .	30

8.4.3	Nichtleere Zellen . . . . .	31
8.4.4	Berechnung des allgemeinen Mittelwerts $\hat{m}$ . . . . .	31
8.4.5	Berechnung von Varianzen . . . . .	31
8.4.6	Alternative Berechnungsverfahren für Varianzen . . . . .	32
8.4.7	Abhängigkeit der Varianzen von $m$ . . . . .	32
8.5	Erstellen einer funktionalen Beziehung zwischen Genauigkeitswerten $s$ und dem Mittelwertbereich $m$ . . . . .	33
8.5.1	Wahl der funktionalen Beziehung . . . . .	33
8.5.2	Anpassungsbeziehungen I und II . . . . .	34
8.5.3	Anpassung der Beziehung III . . . . .	35
8.5.4	Anpassung der Beziehung IV . . . . .	36
8.6	Statistische Analyse als schrittweises Verfahren . . . . .	38
8.7	Bericht an die Prüfergruppe und von der Prüfergruppe zu treffende Entscheidungen . . . . .	40
8.7.1	Bericht des Statistikexperten . . . . .	40
8.7.2	Von der Prüfergruppe zu treffende Entscheidungen . . . . .	43
8.7.3	Vollständiger Bericht . . . . .	44
9	Statistische Tabellen . . . . .	44
Anhang A (informativ)	Anzahl der für eine Genauigkeitsschätzung erforderlichen Labore . . . . .	50
Anhang B (informativ)	Alternative Berechnungen der Varianzkomponenten . . . . .	53
B.1	Berechnung aus einer Tabelle der Einwegvarianzanalyse . . . . .	53
B.2	Berechnung der eingeschränkten maximalen Wahrscheinlichkeit (REML) . . . . .	53
Anhang C (informativ)	Beispiele der statistischen Analyse von Genauigkeitsexperimenten . . . . .	55
C.1	Beispiel 1: Bestimmung des Schwefelgehalts von Kohle (mehrere Bereiche mit fehlenden oder Ausreißerdaten) . . . . .	55
C.1.1	Hintergrund . . . . .	55
C.1.2	Ursprüngliche Daten . . . . .	55
C.1.3	Berechnung der Zellenmittelwerte, $\bar{y}_{ij}$ . . . . .	56
C.1.4	Berechnung von Standardabweichungen, $s_{ij}$ . . . . .	56
C.1.5	Untersuchung auf Konsistenz und Ausreißer . . . . .	56
C.1.6	Berechnung von $\hat{m}_j$ , $s_{rj}$ und $s_{Rj}$ . . . . .	62
C.1.7	Abhängigkeit der Genauigkeit von $m$ . . . . .	63
C.1.8	Schlussfolgerungen . . . . .	63
C.1.9	Alternative Berechnung . . . . .	64
C.2	Beispiel 2: Erweichungstemperatur von Pech (mehrere Bereiche mit fehlenden Daten) . . . . .	64
C.2.1	Hintergrund . . . . .	64
C.2.2	Ursprüngliche Daten . . . . .	64
C.2.3	Zellenmittelwerte . . . . .	65
C.2.4	Absolute Differenzen innerhalb der Zellen . . . . .	68
C.2.5	Untersuchung auf Konsistenz und Ausreißer . . . . .	69
C.2.6	Berechnung von $\hat{m}_j$ , $s_{rj}$ und $s_{Rj}$ . . . . .	69
C.2.7	Abhängigkeit der Genauigkeit von $m$ . . . . .	70
C.2.8	Zusammenfassung . . . . .	70
C.2.9	Alternative Berechnung . . . . .	70
C.3	Beispiel 3: Thermometrische Titration von Teeröl (mehrere Bereiche mit Ausreißerdaten) . . . . .	71
C.3.1	Hintergrund . . . . .	71
C.3.2	Ursprüngliche Daten . . . . .	71
C.3.3	Zellenmittelwerte . . . . .	71
C.3.4	Absolute Differenzen innerhalb der Zellen . . . . .	73
C.3.5	Untersuchung auf Konsistenz und Ausreißer . . . . .	73
C.3.6	Berechnung von $\hat{m}_j$ , $s_{rj}$ und $s_{Rj}$ . . . . .	76
C.3.7	Abhängigkeit der Genauigkeit von $m$ . . . . .	76
C.3.8	Alternative Berechnung . . . . .	77
Anhang D (informativ)	Berechnung kritischer Werte und Indikatoren . . . . .	79
D.1	Berechnung kritischer Werte für die Cochran-Prüfung . . . . .	79
D.2	Berechnung kritischer Werte für die Grubbs-Prüfung . . . . .	79
D.2.1	Ein festgestellter Ausreißer . . . . .	79
D.2.2	Zwei festgestellte Ausreißer . . . . .	80
D.3	Berechnung der Indikatoren für die Mandel'schen $h$ - und $k$ -Statistiken . . . . .	80
D.3.1	Mandel'sche $h$ -Statistik . . . . .	80
D.3.2	Mandel'sche $k$ -Statistik . . . . .	81

## Bilder

**Bild 1** — Eintragungsfragebogen für laborübergreifende Studien . . . . . 16

**Bild 2** — Empfohlene Formulare für die Zusammenstellung von Ergebnissen zur Analyse . . . . . 24

**Bild 3** — Flussdiagramm der Hauptschritte der statistischen Analyse . . . . . 43

**Bild A.1** — Menge, um die  $s_r$  erwartungsgemäß von dem wahren Wert innerhalb eines Wahrscheinlichkeitsniveaus von 95 % abweichen wird . . . . . 51

**Bild A.2** — Menge, um die  $s_R$  erwartungsgemäß von dem wahren Wert innerhalb einer Wahrscheinlichkeit von 95 % abweichen wird . . . . . 52

**Bild C.1** — Schwefelgehalt von Kohle, Probe 1 . . . . . 58

**Bild C.2** — Schwefelgehalt von Kohle, Probe 2 . . . . . 59

**Bild C.3** — Schwefelgehalt von Kohle, Probe 3 . . . . . 60

**Bild C.4** — Schwefelgehalt von Kohle, Probe 4 . . . . . 61

**Bild C.5** — Erweichungstemperatur von Pech — Zellenmittelwerte . . . . . 67

**Bild C.6** — Erweichungstemperatur von Pech — Absolute Differenzen innerhalb der Zellen . . . . . 68

**Bild C.7** — Titration von Teeröl — Mandel'sche Statistik der Konsistenz zwischen Laboren,  $h$ , gruppiert nach Laboren . . . . . 74

**Bild C.8** — Titration von Teeröl — Mandel'sche Statistik der Konsistenz innerhalb eines Labors,  $h$ , gruppiert nach Laboren . . . . . 75

**Bild C.9** — Plot von  $s_{rj}$  und  $s_{Rj}$  gegen  $\hat{m}_j$  die Daten aus Tabelle C.18, der die funktionale Beziehungen I-IV aus 8.5 angepasst an diese Daten darstellt . . . . . 78

## Tabellen

**Tabelle 1** — Beziehung I,  $s = bm$  . . . . . 37

**Tabelle 2** — Beziehung II,  $s = a + bm$  . . . . . 37

**Tabelle 3** — Beziehung III,  $s^2 = a_v^2 + (b_v m)^2$  . . . . . 38

**Tabelle 4** — Beziehung IV,  $lg s = c + d lg m$  . . . . . 38

**Tabelle 5** — Kritische Werte für die Cochran-Prüfung . . . . . 44

**Tabelle 6** — Kritische Werte für die Grubbs-Prüfung . . . . . 45

**Tabelle 7** — Indikatoren für die Mandel'schen  $h$ - und  $k$ -Statistiken bei 1 % Signifikanzniveau . . . . . 47

**Tabelle 8** — Indikatoren für die Mandel'schen  $h$ - und  $k$ -Statistiken bei 5 % Signifikanzniveau . . . . . 48

**Tabelle A.1** — Werte der Schätzwertunsicherheit der Wiederhol- und Vergleichstandardabweichungen . . . . . 51

**Tabelle B.1** — Layout einer üblichen Einweg-ANOVA-Tabelle . . . . . 53

**Tabelle C.1** — Ursprüngliche Daten — Schwefelgehalt von Kohle (Massefraktion, %) . . . . . 56

**Tabelle C.2** — Zellenmittelwerte — Schwefelgehalt von Kohle (Massefraktion, %) . . . . . 57

**Tabelle C.3** — Standardabweichungen — Schwefelgehalt von Kohle (Massefraktion, %) . . . . . 57

**Tabelle C.4** — Anwendung der Grubbs-Prüfung auf Zellenmittelwerte . . . . . 61

**Tabelle C.5** — Berechnete Werte von  $\hat{m}_j$ ,  $s_{rj}$  und  $s_{Rj}$  für den Schwefelgehalt von Kohle . . . . . 63

**Tabelle C.6** — REML-Schätzwerte von  $\hat{m}_j$ ,  $s_{rj}$  und  $s_{Rj}$  für den Schwefelgehalt von Kohle . . . . . 64

**Tabelle C.7** — REML-Schätzwerte von  $\hat{m}_j$ ,  $s_{rj}$  und  $s_{Rj}$  für den Schwefelgehalt von Kohle . . . . . 65

**Tabelle C.8** — Zellenmittelwerte — Erweichungstemperatur von Pech (°C) . . . . . 66

**Tabelle C.9** — Absolute Differenzen innerhalb der Zellen — Erweichungstemperatur von Pech (°C) . . . . . 67

**Tabelle C.10** — Werte der Cochran-Prüfgröße,  $C$  . . . . . 68

**Tabelle C.11** — Anwendung der Grubbs-Prüfung auf Zellenmittelwerte . . . . . 69

**Tabelle C.12** — Berechnete Werte von  $\hat{m}_j$ ,  $s_{rj}$  und  $s_{Rj}$  für die Erweichungstemperatur von Pech . . . . . 70

**Tabelle C.13** — REML-Schätzwerte von  $\hat{m}_j$ ,  $s_{rj}$  und  $s_{Rj}$  für die Erweichungstemperatur von Pech . . . . . 71

**Tabelle C.14** — Ursprüngliche Daten — Thermometrische Titration von Teeröl . . . . . 72

**Tabelle C.15** — Zellenmittelwerte — Thermometrische Titration von Teeröl . . . . . 72

<b>Tabelle C.16 — Zellenbereiche — Thermometrische Titration von Teeröl . . . . .</b>	<b>72</b>
<b>Tabelle C.17 — Anwendung der Grubbs-Prüfung auf Zellenmittelwerte . . . . .</b>	<b>75</b>
<b>Tabelle C.18 — Berechnete Werte von <math>\hat{m}_j</math>, <math>s_{Tj}</math> und <math>s_{Rj}</math> für die thermometrische Titration von Teeröl</b>	<b>76</b>
<b>Tabelle C.19 — REML-Schätzwerte von <math>\hat{m}_j</math>, <math>s_{Tj}</math> und <math>s_{Rj}</math> für die thermometrische Titration von Teeröl . . . . .</b>	<b>77</b>
<b>Tabelle D.1 — Koeffizienten für die kritischen Werte der Grubbs-Prüfung . . . . .</b>	<b>80</b>