

DIN EN ISO 4259-4



ICS 75.080

**Mineralölerzeugnisse –
Präzision von Messverfahren und Ergebnissen –
Teil 4: Verwendung von Kontrollkarten zur Validierung des Status der
statistischen Kontrolle bei der Durchführung von genormten
Prüfverfahren in einem einzelnen Labor (ISO 4259-4:2021);
Deutsche Fassung EN ISO 4259-4:2022**

Petroleum and related products –
Precision of measurement methods and results –
Part 4: Use of statistical control charts to validate 'in-statistical-control' status for the
execution of a standard test method in a single laboratory (ISO 4259-4:2021);
German version EN ISO 4259-4:2022

Produits pétroliers et connexes –
Fidélité des méthodes de mesure et de leurs résultats –
Partie 4: Utilisation de cartes de contrôle statistique pour valider l'état 'sous maîtrise
statistique' pour l'exécution d'une méthode d'essai normalisée dans un seul laboratoire
(ISO 4259-4:2021);
Version allemande EN ISO 4259-4:2022

Gesamtumfang 47 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)
Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 4259-4:2022) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 28 „Petroleum and related products, fuels and lubricants from natural or synthetic sources“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte aus Erdöl und mit biologischem oder synthetischem Ursprung“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-06-16 AA „Präzision von Prüfverfahren“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 4259-1:2017	siehe	DIN EN ISO 4259-1:2020-02-04
ISO 4259-2	siehe	DIN EN ISO 4259-2

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 4259-1:2018-04, *Mineralölerzeugnisse - Präzision von Messverfahren und Ergebnissen - Teil 1: Bestimmung der Präzisionsdaten von Prüfverfahren (ISO 4259-1:2017 + Amd 1:2019 + Amd 2:2020); Deutsche Fassung EN ISO 4259-1:2017 + A1:2019 + A2:2020*

DIN EN ISO 4259-2, *Mineralölerzeugnisse — Präzision von Messverfahren und Ergebnissen — Teil 2: Anwendung der Präzisionsdaten von Prüfverfahren*

Deutsche Fassung

Mineralölerzeugnisse —
Präzision von Messverfahren und Ergebnissen —
Teil 4: Verwendung von Kontrollkarten zur Validierung des
Status der statistischen Kontrolle bei der Durchführung von
genormten Prüfverfahren in einem einzelnen Labor
(ISO 4259-4:2021)

Petroleum and related products —
Precision of measurement methods and results —
Part 4: Use of statistical control charts to validate 'in-
statistical-control' status for the execution of a standard
test method in a single laboratory (ISO 4259-4:2021)

Produits pétroliers et connexes —
Fidélité des méthodes de mesure et de leurs résultats —
Partie 4: Utilisation de cartes de contrôle statistique
pour valider l'état 'sous maîtrise statistique' pour
l'exécution d'une méthode d'essai normalisée dans un
seul laboratoire (ISO 4259-4:2021)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 30. November 2021 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim CEN-CENELEC-Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe, Symbole und Abkürzungen	6
3.1 Spezifische Begriffe	7
3.2 Symbole und Abkürzungen	7
4 Statistische Prozesskontrolle bei der Durchführung eines Normprüfverfahrens durch ein Labor	8
4.1 Allgemeines	8
4.2 Beschreibung der Kontrollkarten	9
4.2.1 Allgemeines	9
4.2.2 I- und MR-Karten	9
4.2.3 Strategie zur Verbesserung der Empfindlichkeit der I-Karte	10
4.2.4 Bedingungen für den Ablauf unter statistischer Prozesskontrolle	11
4.3 Kontrollkarten-Arbeitsprozess	11
4.3.1 Allgemeines	11
4.3.2 Phase 1 des Kontrollkarten-Arbeitsprozesses	12
4.3.3 Phase 2 des Kontrollkarten-Arbeitsprozesses	16
4.4 Übergangsverfahren bei Änderung der QC-Materialcharge	19
4.4.1 Allgemeines	19
4.4.2 Verfahren 1, Parallelprüfung	19
4.4.3 Verfahren 2, Q-Karte	19
4.4.4 Verfahren 3, dynamisch aktualisierte I-Karte mit EWMA	20
5 Anleitung bei nicht ausreichender Schwankung oder nicht normalverteilter Daten	20
5.1 Allgemeine Anforderung	20
5.2 Vorgehensweise für den Fall, dass die Schwankung nicht ausreicht oder die Daten nicht normalverteilt sind	21
5.2.1 Nicht ausreichende Schwankung	21
5.2.2 Nicht normalverteilte Daten	22
Anhang A (informativ) Einzelheiten des Kontrollkarten-Arbeitsprozesses	23
Anhang B (normativ) Überprüfungsverfahren	43
Literaturhinweise	45

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 4259-4:2022) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 28 „Petroleum and related products, fuels and lubricants from natural or synthetic sources“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte aus Erdöl und mit biologischem oder synthetischem Ursprung“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Dezember 2022, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Dezember 2022 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 4259-4:2021 wurde von CEN als EN ISO 4259-4:2022 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 28, *Petroleum and related products, fuels and lubricants from natural or synthetic sources*, in Zusammenarbeit mit dem Europäischen Komitee für Normung (CEN), Technisches Komitee CEN/TC 19, *Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte aus Erdöl und mit biologischem oder synthetischem Ursprung*, in Übereinstimmung mit der Vereinbarung zur technischen Zusammenarbeit zwischen ISO und CEN (Wiener Vereinbarung) erarbeitet.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 4259 ist auf der ISO-Internetseite abrufbar.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Einleitung

Unter den aktuellen globalen wirtschaftlichen Rahmenbedingungen ist die „Vertrauenswürdigkeit“ von Messdaten ein entscheidender Wirtschaftsfaktor und etwas, das Kunden und Behörden implizit erwarten. Vertrauenswürdigkeit der Daten bedeutet, dass die Datenqualität den Erwartungen entspricht und die Daten „brauchbar“ sind. Vertrauenswürdige Daten lassen sich nur mit Hilfe von Messsystemen erhalten, die erwiesenermaßen stabil sind und nur Schwankungen infolge allgemeiner Ursachen aufweisen.

Dieses Dokument beschreibt die Anwendungen von spezifischen statistischen Kontrollkarten, die aus denjenigen ausgewählt wurden, die im produzierenden Gewerbe weithin für die Überwachung und den Nachweis des Zustands „unter statistischer Prozesskontrolle“ eines Laboratoriums bei der Durchführung eines genormten Prüfverfahrens für den Erhalt von vertrauenswürdigen Daten angewendet werden.

In ISO 4259-2 [9] ist die Anforderung an die „Bewertung der Qualitätskonformität bezüglich Spezifikationen“ so zu verstehen, dass das Prüfergebnis jedes Labors anhand eines Prüfverfahrens erhalten wird, das im Hinblick auf die Präzision und die systematische Abweichung unter statistischer Prozesskontrolle ist, was durch laboreigene statistische Kontrollkarten (SQC, en: statistical quality control) oder andere gleichwertige statistische Verfahren zu belegen ist. Während viele Laboratorien für die Qualitätssicherung von Prüfverfahren laboreigene Verfahren anwenden, ist eine Normung der Art und Weise, wie der Zustand „unter statistischer Prozesskontrolle“ erzielt wird, notwendig, um sicherzustellen, dass es keine Widersprüche mit der Anwendung von ISO 4259-2 [9] gibt. Der oben erwähnten Notwendigkeit zu entsprechen, ist die Motivation für dieses Dokument, das auf ASTM D6299 [1] basiert.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt den Prozess und die Methodik für den Aufbau, den Betrieb und die Pflege von statistischen Kontrollkarten fest, um zu beurteilen, ob die Durchführung eines genormten Prüfverfahrens durch ein bestimmtes Laboratorium unter statistischer Prozesskontrolle erfolgt und wie der Zustand „unter statistischer Prozesskontrolle“ festgestellt und validiert wird.

Es legt Kontrollkarten fest, die sich am besten für die vom ISO/TC 28 festgelegten Prüfverfahren eignen, bei denen die vorherrschende Schwankung infolge gemeinsamer Ursachen mit den Bedingungen der Ausführung durch mehrere Bearbeiter über lange Zeiträume verbunden ist. Die für die Feststellung des Zustands „unter statistischer Prozesskontrolle“ festgelegten Kontrollkarten sind: „Einzelwert“ (I, en: individual), „gleitende Spannweite von 2“ (MR₂, en: moving range of 2) und entweder der „exponentiell gewichtete gleitende Mittelwert“ (EWMA, en: exponentially weighted moving average) oder „zonenbasierte Laufregeln“ [en: zone-based run rules; ähnlich den Laufregeln von Western Electric (WE) [3]] als Empfindlichkeitsverbesserungsstrategie zur Unterstützung der I-Karte.

Die in diesem Dokument angegebenen Verfahrensweisen wurden in erster Linie für numerische Ergebnisse entwickelt, die durch Prüfung von Kontrollproben erhalten wurden, die aus einer homogenen Quelle von Mineralölzerzeugnissen und verwandten Produkten bezogen und in einer Weise aufbereitet wurden, die die Homogenität der interessierenden Eigenschaften beim Vergleich von Kontrollproben miteinander bewahrt. Wenn das Prüfverfahren es zulässt, wird ein zertifiziertes Referenzmaterial (CRM) als Kontrollprobe verwendet, vorausgesetzt, die Zusammensetzung der Probe ist repräsentativ für das zu prüfende Material und es handelt sich nicht um eine reine Verbindung; in diesem Fall legt das Laboratorium am besten seinen eigenen Mittelwert für die CRM-Probe fest.

Dieses Dokument ist anzuwenden für interessierende Eigenschaften, die (bekanntermaßen) über die Zeit stabil sind, und für Datensätze mit einer Auflösung, die ausreicht, um die Validierung der Annahme zu stützen, dass sich die Datenverteilung näherungsweise durch das Modell der (Gaußschen) Normalverteilung darstellen lässt. Für Situationen, in denen sich die Annahme nicht validieren lässt, werden Problemlösungsstrategien empfohlen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 4259-1:2017, *Petroleum and related products — Precision of measurement methods and results — Part 1: Determination of precision data in relation to methods of test*

3 Begriffe, Symbole und Abkürzungen

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 4259-1 und die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

3.1 Spezifische Begriffe

3.1.1

allgemeine Ursache

en **common cause**

Faktoren, die zur *Schwankung infolge allgemeiner Ursachen* (3.1.2) beitragen

Anmerkung 1 zum Begriff: Für eine anschauliche Darstellung siehe Bild 1.

3.1.2

Schwankung infolge allgemeiner Ursachen

en **common cause variation**

Schwankungen in den unter *Laborpräzisions-Bedingungen* (3.1.4) bei der wiederholten Durchführung eines Prüfverfahren am selben Prüfmaterial ermittelten Ergebnissen, die bekannten, unbekannten oder nicht erkennbaren Faktoren zugeordnet werden können, die im Rahmen der normalen und vorschriftsmäßigen Durchführung aller Aspekte des Prüfverfahrens entweder absichtlich nicht geregelt werden oder nicht strikt geregelt werden können

3.1.3

unter statistischer Prozesskontrolle

en **in-statistical-control**

Situation, in der die vom Anwender an Kontrollproben ermittelten Prüfergebnisse der Erwartung über die Zeit in angemessener Weise mit einer durch allgemeine Ursachen bedingten Schwankung um eine erwartete stabile Mitte entsprechen

3.1.4

Laborpräzisions-Bedingungen

en **site precision conditions**

Bedingungen, unter denen in einem einzelnen Labor Einzelprüfergebnisse in mindestens 8 h voneinander getrennten Zeitintervallen von den die Prüfungen durchführenden Personen erhalten werden, die dasselbe Prüfverfahren unter Verwendung derselben Prüfeinrichtung an Probekörpern durchführen, die demselben Material nach dem Zufallsprinzip über den normalen täglichen Betriebsbereich verteilt entnommen wurden

3.1.5

Qualitätskontrollprobe

QC sample, en: quality control sample

Probekörper, der einem stabilen und homogenen Material mit einer Zusammensetzung und Eigenschaften entnommen wurde, die der vom Labor üblicherweise geprüften Probe ähnlich sind, und der so aufbereitet wurde, dass seine Homogenität in Bezug auf die interessierende Eigenschaft erhalten bleibt, so gelagert wird, dass die interessierenden Eigenschaften erhalten bleiben, und der in ausreichender Menge zur Verfügung steht, um wiederholte Langzeitprüfungen zu ermöglichen

3.2 Symbole und Abkürzungen

AD	Anderson-Darling
ARV (en: assigned reference value)	anerkannter Bezugswert
CRM (en: certified reference material)	zertifiziertes Referenzmaterial
EWMA (en: exponentially weighted moving average)	exponentiell gewichteter gleitender Mittelwert
GESD (en: generalized extreme studentized deviation)	generalisierte extrem studentisierte Abweichung

MR_2	gleitende Spannweite von 2
$\overline{MR}_{\text{known}}$	mit der s_{known} verbundener Mittelwert der gleitenden Spannweite
PT (en: proficiency testing)	Eignungsprüfung
QC (en: quality control)	Qualitätskontrolle
q-q	Quantil-Quantil, Begriff zur Beschreibung des Graphen, der den z-Score eines Datenpunkts mit seinem numerischen Wert vergleicht
s_{known}^a	statistisch zusammengefasste Standardabweichung, die bei Verwendung der zuletzt erreichten Standardabweichungen aus einer Gruppe von ausgeschiedenen Kontrollkarten erhalten wird, wenn bestimmt wird, dass alle zuletzt erreichten Kontrollkartenmittelwerte unter Anwendung der entsprechenden Abschnitte in Phase 1 statistisch nicht signifikant voneinander zu unterscheiden sind
^a Die Spannweite der zuletzt erreichten Kontrollkartenmittelwerte wird als der mit s_{known} verbundene Arbeitsbereich bezeichnet. Siehe das in Tabelle 1 veranschaulichte Konzept.	

Tabelle 1 — Konzept der statistisch zusammengefassten Standardabweichung

Material	Eigenschaft (Einheit)	s_{known}	df	Arbeitsbereich	$\overline{MR}_{\text{known}}$
Sommerbenzin	Dampfdruck (kPa)	0,55	60	49,85 bis 50,68	0,62
Benzin	Dampfdruck (kPa)	0,83	85	104,67 bis 105,91	0,93

4 Statistische Prozesskontrolle bei der Durchführung eines Normprüfverfahrens durch ein Labor

4.1 Allgemeines

Die Durchführung eines Normprüfverfahrens durch ein Labor wird in diesem Dokument als die Durchführung einer Reihe von miteinander verbundenen Arbeitsprozessen angesehen. Jeder Arbeitsprozess unterliegt Schwankungen aufgrund von bekannten, unbekannten und in einigen Fällen nicht erkennbaren Ursachen, die dem Prozess über einen langen Zeithorizont innewohnen, sodass jedes Ergebnis des Prozesses davon betroffen ist. Diese Ursachen werden als allgemeine Ursachen bezeichnet. Die durch allgemeine Ursachen bedingten Auswirkungen auf das Endergebnis des Prozesses werden als Schwankung infolge allgemeiner Ursachen bezeichnet.

Die allgemeinen Ursachen für Schwankungen lassen sich unter Anwendung eines als Fischgräten-Diagramm bekannten Verfahrens 5 Kategorien zuordnen (Umgebung, Bedienungsperson, Ausrüstung, Verfahren und Reagenzien). Aufgrund der Schwankung infolge allgemeiner Ursachen führt die wiederholte Durchführung desselben Prüfverfahrens am selben Material über einen langen Zeithorizont zu numerisch nicht identischen Ergebnissen. Dieser Effekt ist in Bild 1 veranschaulicht.

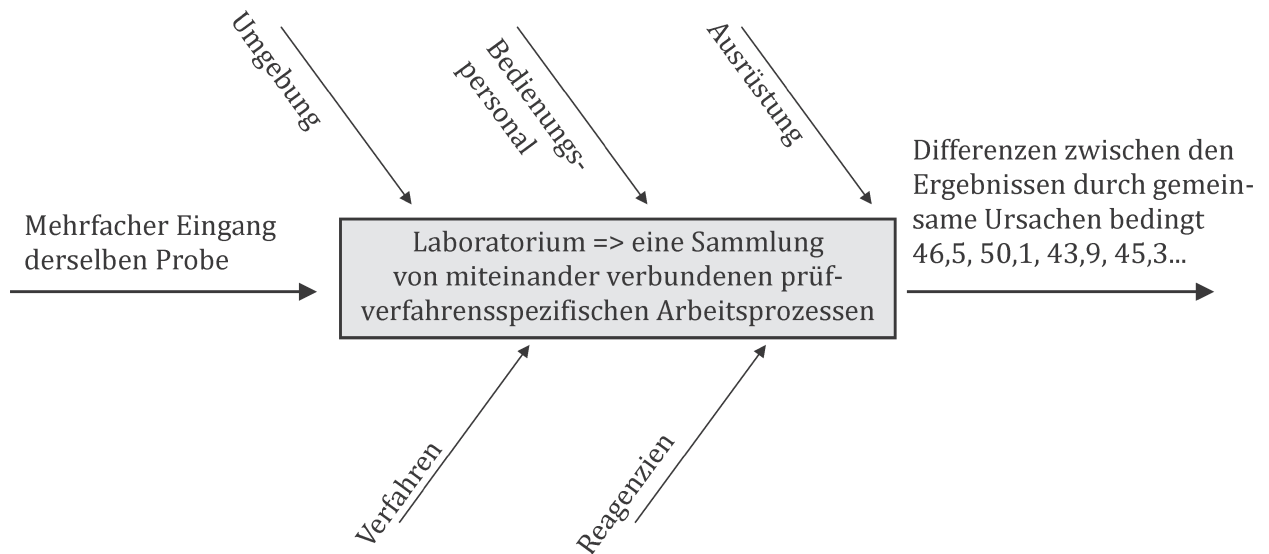


Bild 1 — Darstellung der Schwankung infolge allgemeiner Ursachen bei der Durchführung eines Prüfverfahrens als Fischgräten-Diagramm

Der gesamte mit der Durchführung des spezifischen Prüfverfahrens verbundene Prozess gilt als „unter statistischer Prozesskontrolle“, wenn die Ergebnisse des Prozesses (Prüfergebnisse) aus der wiederholten Analyse von aus demselben Material hergestellten Qualitätskontrollproben (QC-Proben) über die Zeit der Erwartung in angemessener Weise einer ausschließlich durch die allgemeinen Ursachen bedingten, zufälligen, um eine stabile Mitte gestreuten Schwankung entsprechen.

Um den Zustand „unter statistischer Prozesskontrolle“ festzustellen, ist ein aus mehreren Schritten bestehender und integrierter Arbeitsprozess erforderlich, der die Verwendung von statistischen Kontrollkarten und einer Qualitätskontrollprobe (QC-Probe) umfasst.

ANMERKUNG Der Einfachheit halber wird der Begriff „statistisch“ weggelassen und der Begriff im weiteren Verlauf dieses Dokuments als „Kontrollkarten“ bezeichnet.

4.2 Beschreibung der Kontrollkarten

4.2.1 Allgemeines

Die für die meisten der in der Mineralölindustrie üblichen und zu numerischen Ergebnissen führenden Prüfverfahren geeigneten Kontrollkarten sind die Einzelwert-Karte (I-Karte) und die Karte für eine gleitende Spannweite von 2 (MR_2 -Karte).

ANMERKUNG 1 Die I-Karte ist auch als X-Karte oder Shewhart-Karte bekannt [2].

ANMERKUNG 2 Der Einfachheit halber wird die MR_2 -Karte im weiteren Verlauf dieses Dokuments durchgehend als gleitende-Spannweiten-Karte (MR-Karte) bezeichnet.

4.2.2 I- und MR-Karten

Bei der I-Karte handelt es sich um eine graphische Darstellung der einzelnen unter Laborpräzisions-Bedingungen erfassten Qualitätskontrollproben-Prüfergebnisse (X), aufgetragen in chronologischer Reihenfolge und unterlegt mit einer Mittellinie und einer unteren und einer oberen Entscheidungsgrenze, bei deren Über- bzw. Unterschreitung Maßnahmen ergriffen werden müssen. Diese Grenzen werden im Folgenden als untere und obere Eingriffsgrenze (LCL_X , UCL_X) der I-Karte bezeichnet. Der Hauptzweck der I-Karte ist, die Prozessmittenstabilität über die Zeit zu überwachen.

ANMERKUNG Da das Hauptinteresse ist, die Stabilität und die Schwankung des Prüfprozesses infolge allgemeiner Ursachen unter Laborpräzisions-Bedingungen über einen langen Zeithorizont zu überwachen, trägt eine unter Wiederholbarkeitsbedingungen durchgeführte Wiederholungsanalyse (siehe ISO 4259-1) nicht zu diesem Ziel bei, weil die interessierende Schwankung infolge gemeinsamer Ursachen in den unter Wiederholbarkeitsbedingungen erhaltenen Ergebnissen nicht enthalten ist.

Die MR-Karte ist die (vorzeichenlose) Differenz zwischen zwei in der I-Karte aufeinander folgenden Einzelergebnissen, die in chronologischer Reihenfolge aufgetragen und ebenfalls mit einer Mittellinie und einer oberen Entscheidungsgrenze für das Ergreifen von Maßnahmen – im Folgenden als obere Eingriffsgrenze (UCL_{MR}) der MR-Karte bezeichnet – unterlegt sind. Der Hauptzweck der MR-Karte ist, die Stabilität der Schwankung infolge allgemeiner Ursachen im Vergleich von aufeinander folgenden Qualitätskontrollproben-Ergebnissen über die Zeit zu überwachen.

Die Entscheidungsgrenzen für das Ergreifen von Maßnahmen für beide Karten sowie die Bedingungen, die Maßnahmen für die in 4.2.3 angegebenen Strategien erfordern, basieren auf einer sehr geringen theoretischen Wahrscheinlichkeit ($< 0,3\%$), dass für einen Prozess unter statistischer Prozesskontrolle unter Verwendung der Normalverteilung (I-Karte) und der W-Verteilung (MR-Karte) als statistische Bezugsmodelle die Entscheidung „Maßnahmen erforderlich“ getroffen wird. Daher repräsentieren diese Grenzen die Erwartungsgrenzen für das Ergebnis des Prozesses, falls dieser unter statistischer Prozesskontrolle abläuft.

4.2.3 Strategie zur Verbesserung der Empfindlichkeit der I-Karte

Als eine direkte Folge dessen, dass die Maßnahmengrenzen für die I-Karte basierend auf einer im Falle eines unter statistischer Prozesskontrolle ablaufenden Prozesses geringen Wahrscheinlichkeit der Überschreitung festgesetzt werden, sind diese Grenzen für die Detektion geringer Änderungen in der Prozessmitte nicht empfindlich. Es ist daher notwendig, die I-Karte mit zusätzlichen Empfindlichkeitsverbesserungsstrategien zu unterstützen, um diesen Mangel auszugleichen.

Dieses Dokument fordert die Anwendung einer der folgenden Strategien in Verbindung mit der I-Karte:

a) Strategie 1: Zonenbasierte Laufregeln. Maßnahmen sind erforderlich, wenn eine der folgenden Laufregelbedingungen vorliegt. Zu den Definitionen der Zonen siehe 4.3.2:

- zwei von drei aufeinander folgenden Einzelergebnissen in Zone A auf derselben Seite im Verhältnis zur Mittellinie;
- vier von fünf aufeinander folgenden Einzelergebnissen jenseits von Zone C auf derselben Seite im Verhältnis zur Mittellinie;
- neun aufeinander folgende Einzelergebnisse auf derselben Seite im Verhältnis zur Mittellinie (darüber oder darunter);

oder

b) Strategie 2: Exponentiell gewichteter gleitender Mittelwert (EWMA). Maßnahmen sind erforderlich, wenn eine der beiden folgenden Bedingungen eintritt:

- eine Überschreitung der EWMA-Maßnahmengreifungsgrenzen;
- neun aufeinander folgende Einzelergebnisse auf derselben Seite im Verhältnis zur Mittellinie (darüber oder darunter).

Der EWMA ist ein „zeitgewichteter gleitender Mittelwert“, der aus allen Datenpunkten bis einschließlich des aktuellsten berechnet wird, wobei die Gewichtung jedes Datums mit dessen Alter exponentiell verringert wird. Die Geschwindigkeit dieser Gewichtungsverringerung wird durch λ bestimmt. Sie wird mit Eintreffen jedes neuen Datums neu berechnet und in Bezug auf ihre eigenen Maßnahmengreifungsgrenzen (im

Folgenden als die EWMA-Maßnahmengreifungsgrenzen bezeichnet) beurteilt. Ein EWMA mit $\lambda = 0,4$ hat eine ähnliche Detektionsleistung wie Strategie 1[4].

Es wird empfohlen, Strategie 2 anzuwenden, weil sie leicht umzusetzen ist und eine geringere erwartete Fehlalarmrate als Strategie 1 aufweist.

4.2.4 Bedingungen für den Ablauf unter statistischer Prozesskontrolle

Der gesamte mit der Ausführung eines Prüfverfahrens verbundene Prozess gilt als unter statistischer Prozesskontrolle, wenn sämtliche der folgenden Bedingungen erfüllt sind:

- a) alle Kontrollproben-Einzelergebnisse innerhalb der in der I-Karte festgelegten Maßnahmen-ergreifungsgrenzen liegen,
- b) weniger als fünf von 12 aufeinander folgenden MR-Ergebnissen die Maßnahmen-ergreifungsgrenze der MR-Karte überschreiten, und
- c) für die gewählte Empfindlichkeitsverbesserung (Strategie 1 oder 2) keine Maßnahmen erforderlich sind.

4.3 Kontrollkarten-Arbeitsprozess

4.3.1 Allgemeines

Für die Feststellung, ob der gesamte mit der Ausführung eines Prüfverfahrens verbundene Prozess unter statistischer Prozesskontrolle ist, wird ein mehrere Schritte umfassender Zwei-Phasen-Arbeitsprozess festgelegt, der die Anwendung von Kontrollkarten und die Verwendung von QC-Material umfasst.

Phase 1 umfasst die visuelle und statistische Beurteilung von für eine neue QC-Materialcharge erhaltenen Anfangsprüfergebnissen, die in chronologischer Reihenfolge (als Laufkarte bekannt) aufgetragen werden. Daran schließt sich die Entwicklung des Aufbaus der I-Karte und MR-Karte mit Hilfe dieser Ergebnisse an, indem die betreffenden Karten mit dem Mittelwert und den Maßnahmen-ergreifungsgrenzen unterlegt werden. Die Maßnahmen-ergreifungsgrenzen stellen die Grenzen dar, innerhalb welcher die aktuellen und zukünftigen Prüfergebnisse und die MR für dieses QC-Material unter der Annahme, dass der Prozess unter statistischer Prozesskontrolle abläuft und das QC-Material nicht verändert wird, erwartungsgemäß liegen werden. Die in Phase 1 erstellten Kontrollkarten (I und MR) werden für Phase 2 verwendet, wenn alle Bedingungen für den Ablauf unter statistischer Prozesskontrolle (siehe 4.2.4) erfüllt sind.

Phase 2 umfasst zwei Modi: den Betrieb und die Pflege. Im Modus „Betrieb“ werden Prüfergebnisse (für das in Phase 1 geprüfte QC-Material) in chronologischer Reihenfolge ihres Eingangs mit den festgelegten Maßnahmen-ergreifungsgrenzen und der in Phase 1 gewählten Verbesserungsstrategie verglichen. Im Modus „Pflege“ werden die bei der Berechnung der Maßnahmen-ergreifungsgrenzen für die Kontrollkarten in Phase 1 verwendeten Statistiken in regelmäßigen Abständen anhand der unter statistischer Prozesskontrolle neu angefallenen Ergebnisse erneut beurteilt und gegebenenfalls aktualisiert.

Für diese Verfahrensweise wird das Verfahren des quadratischen Mittelwerts angewendet, um die Statistik der Stichprobenstandardabweichung s zu berechnen.

4.3.2 Phase 1 des Kontrollkarten-Arbeitsprozesses

Das Hauptziel von Phase 1 ist, anfängliche Mittelwerte und Maßnahmenergreifungsgrenzen für die I- und MR-Kontrollkarten zu ermitteln und die gewählte Verbesserungsstrategie (siehe 4.2.3) für eine bestimmte QC-Materialcharge anhand von chronologisch erhaltenen Daten und anhand der Normalverteilung als Bezugsmodell umzusetzen. Bild 2 zeigt ein Flussdiagramm des in diesem Unterabschnitt definierten 15-stufigen Prozesses. Die wesentlichen Schritte sind:

- 1) Es werden mehrere Qualitätskontrollproben (QC-Proben) aus einem stabilen und homogenen Material mit einer Zusammensetzung und mit Eigenschaften vorbereitet, die den üblicherweise vom Labor geprüften ähnlich sind.
- 2) Es werden mindestens 20 Qualitätskontrollproben-Prüfergebnisse unter Laborpräzisionsbedingungen erfasst.
- 3) Die Einzelergebnisse werden in chronologischer Reihenfolge aufgetragen (das Ergebnis wird als Laufkarte bezeichnet), und der Graph wird auf visuell erkennbare Transkriptionsfehler untersucht. Offensichtliche Transkriptionsfehler werden berichtigt oder gelöscht.
- 4) Es wird ein Quantil-Quantil (q-q)-Graph erstellt (wie in Anhang A dargestellt) und die Anderson-Darling(AD)-Statistik berechnet. Dieser Graph wird in Verbindung mit den Daten daraufhin untersucht, ob die Schwankung ausreicht. Für die vorschriftsmäßige Anwendung der in diesem Dokument festgelegten Kontrollkarten sind mindestens 6 eindeutige Werte erforderlich, um für eine ausreichende beobachtbare Schwankung infolge allgemeiner Ursachen zu sorgen. Falls die Schwankung des Datensatzes nicht ausreicht, schlägt sich das in den folgenden beiden Ergebnissen nieder:
 - a) Der q-q-Graph zeigt mehrere voneinander getrennte horizontale Datenanhäufungen (Cluster), wobei jeder horizontale Cluster numerisch identische Daten darstellt (siehe Abschnitt 5);
 - b) Der AD-Wert überschreitet das 0,01-Signifikanzniveau von 1,0 mit großem Abstand.

Ist die Gesamtanzahl an eindeutigen Werten kleiner als sechs, so ist direkt mit den Hinweisen in Abschnitt 5 fortzufahren.

- 5) Es wird eine formale statistische Beurteilung auf Ausreißer unter Anwendung der GESD-Technik (GESD, en: generalized extreme studentized deviation) für Ausreißer in Anlehnung an ISO 4259-1 (oder unter Bezugnahme auf ASTM D7915 [5]) vorgenommen. Für eine Signifikanz von 0,01 wird als maximale Anzahl an Ausreißern für 20 bis 25 Beobachtungen ein Wert von 3 empfohlen.

Die ermittelten Ausreißer werden zurückgewiesen, es werden Ersatzergebnisse beschafft, und das Verfahren wird ab Schritt 4) wiederholt.

Ogleich dies nicht immer möglich ist, wird empfohlen, die Zurückweisung von Ausreißern durch Angabe entsprechender Ursache(n) zu begründen.

- 6) Die Brauchbarkeit der Normalverteilung wird anhand der aus mindestens 20 nicht zurückgewiesenen Ergebnissen berechneten Anderson-Darling(AD)-Statistik bestätigt.
 - falls AD kleiner als 1,0 ist, so wird mit Schritt 7) fortgefahren;
 - falls AD zwischen 1,0 und 1,5 liegt, wird nach den Hinweisen in Abschnitt 5 verfahren;
 - falls AD größer als 1,5 ist, darf nicht nach diesem Dokument fortgefahren werden, weil dies ein starker statistischer Beleg dafür ist, dass entweder das System nicht unter statistischer Prozesskontrolle arbeitet oder dass die Verteilung der Ergebnisse des Prozesses erheblich von der Normalverteilung abweicht.

- 7) Aus den in Schritt 5) nicht zurückgewiesenen Ergebnissen werden der Mittelwert ($\bar{x}_{\text{stage1}}$) und die Statistik der Standardabweichung (s_{stage1}) berechnet.
- 8) Es wird beurteilt, ob zusätzliche Daten von historischen Ergebnissen für dieses Prüfverfahren verwendet werden können, um die Schätzung von s_{known} zu verbessern; dies sollte mittels eines F-Tests beim Signifikanzniveau von 0,025 mit der numerisch größeren Zahl im Zähler erfolgen. Die Funktion der Vergleichbarkeitsaussage bestimmt, wie dies erfolgen sollte:
- a) Bei Verfahren mit einer konstanten veröffentlichten Vergleichbarkeit: Der F-Test wird angewendet, um zu beurteilen, ob s_{stage1} statistisch nicht von s_{known} zu unterscheiden ist.
 - b) Bei Verfahren mit einer nicht konstanten veröffentlichten Vergleichbarkeit: Es wird die Vergleichbarkeit beim Niveau von $\bar{x}_{\text{stage1}}$ und die Vergleichbarkeit beim Mittelwert der vorigen Karte unter Verwendung von $\bar{x}_{\text{known}}$ berechnet.

Wenn das Verhältnis Vergleichbarkeit $\bar{x}_{\text{stage1}}$ /Vergleichbarkeit $\bar{x}_{\text{known}}$ bei 0,85 bis 1,15 liegt, so wird mit dem F-Test geprüft, ob s_{stage1} statistisch nicht von s_{known} zu unterscheiden ist.

Wenn der F-Test zur Zusammenfassung von s_{stage1} und s_{known} positiv ausfällt, werden beide Standardabweichungen zusammengefasst (Verfahren in Anhang B folgen). Die zusammengefasste Standardabweichung s_{pool} wird als Standardabweichung s_{chart} zugewiesen, die zur Aufstellung der Grenzen in Schritt 9) verwendet wird.

Wenn für diese Art von Material keine vorherigen Informationen über s_{known} bekannt sind, oder wenn der F-Test fehlschlägt, wird s_{stage1} als s_{chart} für Schritt 9) verwendet.

ANMERKUNG Anhang A zeigt ein praktisches Beispiel einschließlich des F-Tests zur Zusammenfassung der Sigmas.

- 9) Die I-Karte für diese QC-Probencharge wird durch Zuweisung von $\bar{x}_{\text{stage1}}$ aus dem Schritt 7) als $\bar{x}_{\text{chart}}$ für diesen Schritt erzeugt; danach werden die durch $\bar{x}_{\text{chart}}$ repräsentierte Mittellinie und die beiden durch $\bar{x}_{\text{chart}} \pm 3 s_{\text{chart}}$ repräsentierten Eingriffsgrenzen der in Schritt 3) erzeugten Laufkarte unterlegt. Falls die EWMA-Empfindlichkeitsverbesserungsstrategie angewendet wird, wird die EWMA-Linie unter Positionierung der damit verbundenen Eingriffsgrenzen bei $\bar{x}_{\text{chart}} \pm 1,5 s_{\text{chart}}$ ebenfalls auf der Laufkarte aufgetragen.
- 10) Die sich damit auf der I-Karte ergebenden Zonen werden wie folgt bezeichnet:
- Zone C: $\bar{x}_{\text{chart}} \pm 1 \cdot s_{\text{chart}}$ (ausschließlich).
 - Zone B: $\bar{x}_{\text{chart}} + 1 \cdot s_{\text{chart}}$ (einschließlich) bis $2 \cdot s_{\text{chart}}$ (ausschließlich); $\bar{x}_{\text{chart}} - 1 \cdot s_{\text{chart}}$ (einschließlich) bis $-2 \cdot s_{\text{chart}}$ (ausschließlich).
 - Zone A: $\bar{x}_{\text{chart}} + 2 \cdot s_{\text{chart}}$ (einschließlich) bis $3 \cdot s_{\text{chart}}$ (ausschließlich); $\bar{x}_{\text{chart}} - 2 \cdot s_{\text{chart}}$ (einschließlich) bis $-3 \cdot s_{\text{chart}}$ (ausschließlich).
- 11) Die MR -Ergebnisse werden unter Verwendung aller nicht zurückgewiesenen Ergebnisse aus Schritt 5) berechnet.
- 12) Aus allen MR -Ergebnissen wird der Mittelwert berechnet und mit $\bar{MR}_{\text{stage1}}$ bezeichnet.
- 13) Wird s_{pool} aus Schritt 8) verwendet, so werden die gewichtete durchschnittliche $\bar{MR}_{\text{wtd}}$, die aus $\bar{MR}_{\text{known}}$, entsprechend s_{known} berechnet wurde, und $\bar{MR}_{\text{stage1}}$ als diejenige $\bar{MR}_{\text{chart}}$ verwendet, die für die Erstellung der MR -Karte in Schritt 14) verwendet wird. Anderenfalls wird für diese Charge des QC-Materials $\bar{MR}_{\text{stage1}}$ als $\bar{MR}_{\text{chart}}$ verwendet.