

	DIN EN ISO 4259-5	
ICS 75.080 Mineralölerzeugnisse – Präzision von Messverfahren und Ergebnissen – Teil 5: Statistische Bewertung der Übereinstimmung zweier verschiedener Messverfahren, die vorgeben, dieselbe Eigenschaft zu messen (ISO 4259-5:2023, korrigierte Fassung 2024-03); Deutsche Fassung EN ISO 4259-5:2024 Petroleum and related products – Precision of measurement methods and results – Part 5: Statistical assessment of agreement between two different measurement methods that claim to measure the same property (ISO 4259-5:2023, Corrected version 2024-03); German version EN ISO 4259-5:2024 Produits pétroliers et connexes – Fidélité des méthodes de mesure et de leurs résultats – Partie 5: Évaluation statistique de l'accord entre deux méthodes de mesure différentes qui prétendent mesurer la même propriété (ISO 4259-5:2023, Version corrigée 2024-03); Version allemande EN ISO 4259-5:2024 Gesamtumfang 69 Seiten DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP) Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP		

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 4259-5:2024) 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 nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-06-16 AA „Präzision von Prüfverfahren“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des DIN-Normenausschusses Materialprüfung (NMP).

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

ISO 4259-1	siehe	DIN EN ISO 4259-1
ISO 4259-3	siehe	DIN EN ISO 4259-3
ISO 4259-4	siehe	DIN EN ISO 4259-4
ISO 5165:2017	siehe	DIN EN ISO 5165:2018-04

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, *Mineralölerzeugnisse — Präzision von Messverfahren und Ergebnissen — Teil 1: Bestimmung der Präzisionsdaten von Prüfverfahren*

DIN EN ISO 4259-3, *Mineralölerzeugnisse — Präzision von Messverfahren und Ergebnissen — Teil 3: Monitoring und Management veröffentlichter Präzisionsdaten in Bezug auf Prüfverfahren*

DIN EN ISO 4259-4, *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*

DIN EN ISO 5165:2018-04, *Mineralölerzeugnisse — Bestimmung der Zündwilligkeit von Dieselmotoren — Cetan-Verfahren mit dem CFR-Motor (ISO 5165:2017); Deutsche Fassung EN ISO 5165:2018*

– Leerseite –

Deutsche Fassung

Mineralölerzeugnisse —
Präzision von Messverfahren und Ergebnissen —
Teil 5: Statistische Bewertung der Übereinstimmung zweier
verschiedener Messverfahren, die vorgeben, dieselbe
Eigenschaft zu messen
(ISO 4259-5:2023, korrigierte Fassung 2024-03)

Petroleum and related products —
Precision of measurement methods and results —
Part 5: Statistical assessment of agreement between
two different measurement methods that claim to
measure the same property
(ISO 4259-5:2023, Corrected version 2024-03)

Produits pétroliers et connexes —
Fidélité des méthodes de mesure et de leurs résultats —
Partie 5: Évaluation statistique de l'accord entre deux
méthodes de mesure différentes qui prétendent
mesurer la même propriété
(ISO 4259-5:2023, Version corrigée 2024-03)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 10. Dezember 2023 angenommen.

Diese Europäische Norm wurde korrigiert und vom CEN-CENELEC-Management-Zentrum am 3. April 2024 neu herausgegeben

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	5
Vorwort	6
Einleitung	7
1 Anwendungsbereich	8
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe	8
4 Symbole	10
5 Überblick zum Verfahren	12
5.1 Allgemeine Anforderungen	12
5.2 Zusätzliche Anforderungen für PTP-Daten	13
5.2.1 Allgemeine Bedingungen	13
5.2.2 Prüfung auf das Vorliegen extremer Proben	13
5.2.3 Prüfung auf Verteilung der Laborergebnisse	14
5.2.4 Vergleich der Präzision	14
5.3 Kurze Abfolge der Verfahrensschritte	15
5.4 Flussdiagramm des Verfahrens	17
6 Durchführung	19
6.1 Probenmittelwert und Standardfehler	19
6.1.1 Allgemeines	19
6.1.2 Berechnung der Mittelwerte	19
6.1.3 Berechnung der Standardfehler	19
6.2 Eignung der Daten	20
6.2.1 Prüfung auf Eigenschaftsstreuung	20
6.2.2 Korrelation der Prüfverfahren	20
6.3 Auswahlstatistiken zur Bias-Korrektur	21
6.3.1 Allgemeines	21
6.3.2 Klasse 0 — Keine Bias-Korrektur	21
6.3.3 Klasse 1a — Konstante Bias-Korrektur	22
6.3.4 Klasse 1b — Proportionale Bias-Korrektur	22
6.3.5 Klasse 2 — Proportionale und konstante Bias-Korrektur.	23
6.4 Auswahl der geeigneten Bias-Korrektur-Klasse	24
6.5 Bestätigung der Normalverteilung der gewichteten Residuen	25
6.6 Probenspezifische systematische Abweichungen	25
7 Prüfbericht	27
8 Bestätigung der Korrelation	27
Anhang A (informativ) Berechnungsbeispiel unter Verwendung von Ringversuchsdaten	29
A.1 Allgemeines	29
A.2 Auswahl relevanter Eigenschaften	29
A.2.1 Allgemeines	29
A.2.2 Prüfverfahren X	29
A.2.3 Prüfverfahren Y	30
A.3 Labordaten	30
A.4 Berechnung der Mittelwerte über die Wiederholungen und Neuordnung	33
A.5 Durchführung grundlegender Überprüfungen des Datensatzes:	35
A.6 Prüfung auf den Hebelwert der Proben	35
A.7 Erstellung von Übersichtstabellen mit zusammenfassenden Statistiken je Probe	36
A.8 Prüfung auf ausreichende Streuung	41
A.9 Korrelationsprüfung	41
A.10 Berechnung der Bias-Korrektur-Klassen	42
A.11 Auswahl der am besten geeigneten Bias-Korrektur-Klasse	44
A.12 Vergleichbarkeit zwischen den Verfahren	45

A.13	Bestätigung	46
Anhang B (informativ)	Berechnungsbeispiel unter Verwendung von PTP-Daten	47
B.1	Allgemeines	47
B.2	Auswahl relevanter Eigenschaften	47
B.2.1	Allgemeines	47
B.2.2	Prüfverfahren X	47
B.2.3	Prüfverfahren Y	47
B.3	Labordaten	48
B.4	Neuanordnung des Datensatzes	50
B.5	Durchführung grundlegender Überprüfungen des Datensatzes:	52
B.6	Prüfung auf die Hebelwerte der Proben	52
B.7	Erstellung von Übersichtstabellen mit zusammenfassenden Statistiken je Probe	53
B.8	Prüfung auf ausreichende Streuung	58
B.9	Korrelationsprüfung	58
B.10	Berechnung der Bias-Korrektur-Klassen	59
B.11	Auswahl der am besten geeigneten Bias-Korrektur-Klasse	61
B.12	Vergleichbarkeit zwischen den Verfahren	62
B.13	Bestätigung	63
Literaturhinweise		65

Bilder

Bild 1	Flussdiagramm zur Eignung und Anwendbarkeit der Daten	17
Bild 2	Verfahren zur Bestimmung der Bias-Korrektur	18

Tabellen

Tabelle 1	Bias-Korrektur-Klassen	24
Tabelle A.1	Anwendungsbereich von Prüfverfahren X	29
Tabelle A.2	Veröffentlichte Präzision für Prüfverfahren X	29
Tabelle A.3	Anwendungsbereich von Prüfverfahren Y	30
Tabelle A.4	Cetanzahldaten für Prüfverfahren X	31
Tabelle A.5	Cetanzahldaten für Prüfverfahren Y	32
Tabelle A.6	Cetanzahldaten für Prüfverfahren X	33
Tabelle A.7	Cetanzahldaten für Prüfverfahren Y	34
Tabelle A.8	Anwendungs- und Präzisionsbereiche der Prüfverfahren im Vergleich mit dem Datensatz	35
Tabelle A.9	Hebelwerte der einzelnen Proben, gemittelt über beide Verfahren	35
Tabelle A.10	Übersichtstabelle für Prüfverfahren X	37
Tabelle A.11	Übersichtstabelle für Prüfverfahren Y	39
Tabelle A.12	Zusammenfassende Statistiken für die Prüfung auf ausreichende Streuung	41
Tabelle A.13	Zusammenfassende Statistiken für die Korrelationsprüfung	41
Tabelle A.14	Keine Bias-Korrektur, Klasse 0	42
Tabelle A.15	Konstante Korrektur, Klasse 1a	42
Tabelle A.16	Proportionale Korrektur, Klasse 1b	43
Tabelle A.17	Lineare Korrektur, Klasse 2	43
Tabelle A.18	Zusammenfassung der Ergebnisse für die Korrekturklassen	44
Tabelle A.19	Zusammengefasste Statistiken für die Auswahl der optimalen Bias-Korrektur	44
Tabelle B.1	Anwendungsbereich für Benzol für Prüfverfahren X	47
Tabelle B.2	Anwendungsbereich für Benzol für Prüfverfahren Y	47
Tabelle B.3	Benzolanteil für Prüfverfahren X	48
Tabelle B.4	Benzolanteil für Prüfverfahren Y	48
Tabelle B.5	Neu angeordnete Daten für Benzol für Prüfverfahren X	50

Tabelle B.6 — Neu angeordnete Daten für Benzol für Prüfverfahren Y	51
Tabelle B.7 — Anwendungs- und Präzisionsbereiche für beide Prüfverfahren	52
Tabelle B.8 — Einfluss der einzelnen Proben, gemittelt über beide Verfahren	52
Tabelle B.9 — Übersichtstabelle für Prüfverfahren X	54
Tabelle B.10 — Übersichtstabelle für Prüfverfahren Y	56
Tabelle B.11 — Zusammengefasste Statistiken für die Prüfung auf ausreichende Streuung	58
Tabelle B.12 — Zusammenfassende Statistik für die Korrelationsprüfung	58
Tabelle B.13 — Keine Bias-Korrektur, Klasse 0	59
Tabelle B.14 — Konstante Korrektur, Klasse 1a	59
Tabelle B.15 — Proportionale Korrektur, Klasse 1b	60
Tabelle B.16 — Lineare Korrektur, Klasse 2	60
Tabelle B.17 — Zusammenfassung der Ergebnisse der Korrekturklassen	61
Tabelle B.18 — Zusammengefasste Statistiken für die Auswahl der optimalen Bias-Korrektur . .	61
Tabelle B.19 — Benzolanteil für Verfahren Y	63
Tabelle B.20 — Benzolanteil für Verfahren X	63
Tabelle B.21 — Ergebnisse der Differenz-Statistik D für die einzelnen Proben S_i	64

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 4259-5:2024) 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“ 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 Juli 2024, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Juli 2024 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 4259-5:2023, korrigierte Fassung 2024-03 wurde von CEN als EN ISO 4259-5:2024 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 Directives, 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 Directives, Teil 2, erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

ISO weist auf die Möglichkeit hin, dass die Anwendung dieses Dokuments mit der Verwendung eines oder mehrerer Patente verbunden sein kann. ISO bezieht jedoch in dieser Hinsicht keinerlei Stellung bezüglich Nachweis, Gültigkeit oder Anwendbarkeit jeglicher beanspruchten Patentrechte. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieses Dokuments lag ISO keine Mitteilung über ein Patent bzw. mehrere Patente vor, welche/s zur Umsetzung dieses Dokuments erforderlich sein könnte/n. Anwender werden jedoch darauf hingewiesen, dass dies möglicherweise nicht der aktuelle Informationsstand ist. Dieser kann jedoch der Patentdatenbank unter www.iso.org/patents entnommen werden. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

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

In diesem Dokument wird die statistische Methodik zur Beurteilung der erwarteten Übereinstimmung zweier genormter Prüfverfahren, die beanspruchen, dieselbe Eigenschaft eines Materials zu messen, erläutert. Anschließend wird untersucht, ob eine lineare Bias-Korrektur die erwartete Übereinstimmung signifikant verbessern kann. Der Grad der Übereinstimmung wird als Vergleichbarkeit zwischen den Verfahren angegeben, nachdem eine Bias-Korrektur (falls erforderlich) vorgenommen wurde.

Das Verfahren verwendet numerische Ergebnisse aus einer Reihe von Proben, die unabhängig voneinander mit beiden Prüfverfahren durch unterschiedliche Labore analysiert wurden. Die mit den Ergebnissen der einzelnen Prüfverfahren verbundene Abweichung wird zur Beurteilung der erforderlichen Bias-Korrektur herangezogen.

Anhang A und Anhang B enthalten ausgearbeitete Beispiele, die zeigen, wie die Methodik angewendet wird.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt die statistische Methodik zur Beurteilung der erwarteten Übereinstimmung zweier Prüfverfahren, die beanspruchen, dieselbe Eigenschaft eines Materials zu messen, und für die Entscheidung, ob eine einfache lineare Bias-Korrektur (Korrektur der systematischen Abweichung) die erwartete Übereinstimmung weiter verbessern kann, fest.

Dieses Dokument ist für Analyseverfahren anwendbar, bei denen die quantitativen Eigenschaften von Mineralölerzeugnissen gemessen werden, die sich aus einer Multi-Sample-Multi-Lab-Studie (MSMLS, en: multi-sample-multi-lab study) ergeben. Zu dieser Art von Studien gehören unter anderem Ringversuche (ILS, en: interlaboratory study), die den Anforderungen der ISO 4259-1 oder einer gleichwertigen Norm entsprechen, und Eignungsprüfungsprogramme (PTP, en: proficiency testing program), die den Anforderungen der ISO 4259-3 oder einer gleichwertigen Norm entsprechen.

Die in diesem Dokument festgelegte Methodik bestimmt den Grenzwert für die Differenz zwischen zwei Ergebnissen, wenn jedes Ergebnis von einem anderen Bearbeiter mit einem anderen Prüfgerät und zwei Verfahren X bzw. Y an identischem Material erhalten wurde. Eines der Verfahren (X oder Y) wurde entsprechend Bias-korrigiert, so dass es mit dem anderen Verfahren entsprechend dieser Praxis übereinstimmt. Dieser Grenzwert wird als die Vergleichbarkeit zwischen den Verfahren bezeichnet. Für diesen Wert wird erwartet, dass er bei üblicher und korrekter Durchführung beider Prüfverfahren aufgrund zufälliger Schwankung mit einer Wahrscheinlichkeit von 5 % überschritten wird.

ANMERKUNG Weitere Bedingungen für die Anwendung dieser Methodik sind in 5.1 und 5.2 angegeben.

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

ISO 4259-3, *Petroleum and related products — Precision of measurement methods and results — Part 3: Monitoring and verification of published precision data in relation to methods of test*

ISO 4259-4, *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*

3 Begriffe

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 <https://www.electropedia.org/>

3.1

Multi-Sample-Multi-Lab-Studie

Vergleichsstudie zwischen Laboren

MSMLS, en: multi-sample-multi-lab study

Untersuchung, in der ein oder mehrere Leistungsmerkmale auf Grundlage von Analyseergebnissen mehrerer Proben und mehrerer Labore bestimmt werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Unter bestimmten Bedingungen erfüllen Ringversuche und Eignungsprüfungsprogramme diese Definition einer Multi-Sample-Multi-Lab-Studie.

3.2

Ringversuch

ILS, en: inter laboratory study

Untersuchung, die so angelegt ist, dass durch die statistische Auswertung der Ergebnisse, die für Teilproben verschiedener Materialien an einem festgelegten Zeitpunkt in verschiedenen Laboren mit einem Standard-Prüfverfahren ermittelt wurden, die Abschätzung der Wiederholbarkeit und der Vergleichbarkeit eines Prüfverfahrens ermöglicht wird

3.3

Eignungsprüfungsprogramm

PTP, en: proficiency testing program

Programm, das für die regelmäßige Bewertung der Eignung teilnehmender Prüflabore zur Durchführung eines Standard-Prüfverfahrens durch statistische Analyse ihrer Prüfergebnisse, die an Teilproben einer Charge homogenen Materials ermittelt wurden, konzipiert wurde

Anmerkung 1 zum Begriff: PTP wird mitunter auch als Eignungsprüfungsstudie (en: proficiency testing, PT) oder Programm zur Gegenkontrollen zwischen Laboratorien (en: interlaboratory cross check programme, ILCP) bezeichnet.

3.4

Bias-Korrektur zwischen den Verfahren

quantitativer Ausdruck der mathematischen Korrektur, der bei Anwendung auf das Ergebnis einer der beiden Verfahren, die dieselbe Eigenschaft zu messen vorgeben, zu einer statistisch signifikanten Verbesserung zwischen den erwarteten Werten der beiden Prüfverfahren, die dieselbe Eigenschaft zu messen vorgeben, führen kann

3.5

Korrelationskoeffizient

ρ

statistisches Maß für die Stärke und Richtung der Beziehung zweier Variablen

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Werte liegen immer im Bereich -1 (starke negative Beziehung) bis $+1$ (starke positive Beziehung). Werte bei oder nahe Null deuten auf eine schwache oder nichtlineare Beziehung hin.

3.6

Standardfehler

Δ_E

Statistik zur Schätzung der Standardabweichung der Verteilung der Durchschnittsstatistik, die aus der wiederholten Zufallsstichprobe einer Grundgesamtheit ermittelt wurde

3.7

Probenstandardabweichung

s_i

Abschätzung der Standardabweichung der Grundgesamtheit unter Verwendung des Mittelwerts der Probe und des Umfangs der Probe

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Probenstandardabweichung wird auch als Standardabweichung der Probe bezeichnet.

3.8
Vergleichbarkeit zwischen den Verfahren

R_{XY}
quantitativer Ausdruck für die Berechnung des Grenzwerts, den die Differenz zwischen zwei Einzelergebnissen mit einer Wahrscheinlichkeit von 5 % aufgrund von zufälliger Schwankung bei korrekter und üblicher Anwendung beider Prüfverfahren voraussichtlich überschreiten wird, wobei jedes Ergebnis durch einen anderen Bearbeiter an einer identischen Prüfprobe unter Verwendung unterschiedlicher Prüfgeräte und unter Anwendung der beiden Verfahren X bzw. Y erhalten wird; wenn die Verfahren bewertet wurden und eine geeignete Bias-Korrektur zwischen den Verfahren auf das Ergebnis eines der beiden Verfahren (X oder Y) in Übereinstimmung mit dieser Praxis angewendet wurde

3.9
Summe der quadrierten Residuen

Σ_{SR}
Statistik zur Quantifizierung des Grades der Übereinstimmung zwischen den Ergebnissen zweier Prüfverfahren nach einer *Bias-Korrektur zwischen den Verfahren* (3.4) unter Verwendung der dementsprechenden Methodik

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Σ_{SR} wird als Optimalitätskriterium bei der Auswahl von Parametern und Modellen für die Bias-Korrektur verwendet.

3.10
Gesamtsumme der Quadrate

Σ_{ST}
Statistik zur Quantifizierung des Informationsgehalts des *Ringversuchs* (3.2) in Form der Gesamtvariation der Probenmittelwerte im Verhältnis zum *Standardfehler* (3.6) der einzelnen Probenmittelwerte

3.11
Auflösung
kleinste Differenz zwischen zwei Ergebnissen, die durch einen unterschiedlichen Wert dargestellt wird

4 Symbole

Symbol	Erläuterung
X, Y	Bezug auf das Verfahren X bzw. Y
X_{ijk}, Y_{ijk}	das k -te Einzelergebnis für das i -te gemeinsame Material durch das j -te Labor bei Anwendung des X-Verfahrens bzw. des Y-Verfahrens
X_i, Y_i	der arithmetische Mittelwert der i -ten Probe bei Anwendung des X-Verfahrens bzw. des Y-Verfahrens
$\bar{X}, \bar{Y}$	gewichteter Mittelwert der Proben, der zur Berechnung der Gesamtsumme der Quadrate $\Sigma_{ST, \bar{X}}$ und $\Sigma_{ST, \bar{Y}}$ für das X-Verfahren bzw. das Y-Verfahren verwendet wird
$\ddot{X}, \ddot{Y}$	gewichteter Mittelwert der Proben, der zur Berechnung des Korrelationskoeffizienten ρ für das X-Verfahren und das Y-Verfahren verwendet wird
Δ_{xi}, Δ_{yi}	absolute Abweichung der gewichteten Mittelwerte der Ergebnisse der i -ten Probe von X bzw. Y
$\hat{Y}$	vorhergesagter Wert des Verfahrens Y für eine Probe durch Anwendung der dementsprechend festgelegten Bias-Korrektur auf ein tatsächliches Ergebnis des Verfahrens X für dieselbe Probe
$\hat{Y}_i$	vorhergesagter Mittelwert der i -ten Probe des Verfahrens Y durch Anwendung der dementsprechend festgelegten Bias-Korrektur auf seinen zugehörigen Mittelwert des Verfahrens X
S	Anzahl der Proben im Multi-Lab-Multi-Sample-Datensatz

L_{Xi}, L_{Yi}	Anzahl der Labore, die Ergebnisse für die i -te Probe bei Anwendung des X-Verfahrens bzw. des Y-Verfahrens erbracht haben
n_{Xij}, n_{Yij}	Anzahl der wiederholten Ergebnisse für die i -te Probe von dem j -ten Labor bei Anwendung des X-Verfahrens bzw. des Y-Verfahrens
R_X, R_Y	Vergleichbarkeit der Verfahren X bzw. Y
R_{Xi}, R_{Yi}	Vergleichbarkeit der Verfahren X und Y, bewertet anhand der Mittelwerte der Verfahren X und Y für die i -te Probe
R_{XY}	Vergleichbarkeit zwischen den Verfahren
$S_{R,Xi}, S_{R,Yi}$	Standardabweichung der Vergleichbarkeit, bewertet an der i -ten Probe bei Anwendung des X-Verfahrens bzw. des Y-Verfahrens
$S_{r,Xi}, S_{r,Yi}$	Standardabweichung der Wiederholbarkeit, bewertet an der i -ten Probe bei Anwendung des X-Verfahrens bzw. des Y-Verfahrens
ε_i	gewichtete Residuen der Mittelwerte des Y-Verfahrens, die aus den entsprechenden Mittelwerten des X-Verfahrens, $\hat{Y}_i$, und dem Mittelwert der Ergebnisse des Y-Verfahrens, Y_i , für die i -te Probe vorhergesagt werden
$\Delta_{E,Xi}, \Delta_{E,Yi}$	Standardfehler der Mittelwerte der i -ten Probe
$\Sigma_{SR,p}$	gewichtete Summe der quadrierten Residuen der mittleren Ergebnisse des Y-Verfahrens und der Bias-korrigierten mittleren Ergebnisse des X-Verfahrens für ein bestimmtes Modell p mit $p = 0, 1a, 1b$ oder 2 über alle Proben i
$\Sigma_{ST,\bar{X}}, \Sigma_{ST,\bar{Y}}$	Gesamtsumme der Quadrate, um die gewichteten Mittelwerte X und Y über alle Proben i
F	Teststatistik für den Vergleich von Varianzen, definiert durch den Quotienten aus zwei Varianzen
t	Student- t -Wert bei einem bestimmten Vertrauensniveau und bestimmten Freiheitsgraden
k	Nummer der für die Bias-Korrektur ausgewählten Klasse
ν_X, ν_Y	Freiheitsgrade für die Vergleichbarkeit von Varianzen
w_i	Gewichtung, verbunden mit der Differenz zwischen (korrigierten) Mittelwerten der i -ten Probe
a, b	Parameter der Bias-Korrektur: $\hat{Y} = a + bX$
h_i	Hebelwirkung der Probe i in der Reihe von Proben
Z_i	natürlicher Logarithmus des Probenmittelwerts, gemittelt über beide Verfahren für Probe i
Z	Gesamtmittelwert des natürlichen Logarithmus aller Proben
t_1, t_2	Verhältnis zur Bewertung der Reduzierungen der Quadratsummen
ε_i	genormte Differenz zwischen Y_i und $\hat{Y}_i$, gelegentlich auch als Fehler bezeichnet
A, B, C	Parameter der quadratischen Funktion, der für die iterative Berechnung des Proportionalitätskoeffizienten b für die Korrekturklassen 1b und 2 verwendet wird
D	Differenzstatistik zur Bestätigung der Korrelation
A_i^2, A_i^{2*}	Anderson-Darling-Test-Statistik bzw. modifizierte Anderson-Darling-Test-Statistik
ρ	Korrelationskoeffizient

5 Überblick zum Verfahren

5.1 Allgemeine Anforderungen

Die Verfahren sollen von einem Analytiker durchgeführt werden, der über ausreichende Kenntnisse der in diesem Dokument beschriebenen statistischen Werkzeuge und Theorien verfügt.

Die statistische Methodik beruht auf der Annahme, dass eine Bias-Korrektur nicht erforderlich ist. Wenn es keine statistischen Hinweise darauf gibt, dass eine Bias-Korrektur die erwartete Übereinstimmung zwischen den beiden Verfahren verbessern würde, wird keine Bias-Korrektur vorgenommen.

Ist eine Bias-Korrektur erforderlich, wird das Prinzip der Parsimonie befolgt, wonach eine einfache Korrektur einer komplexeren vorgezogen wird, wenn letztere keine statistisch beobachtbare Verbesserung gegenüber der ersteren bringen. Wird dies nicht beachtet, führt dies im Allgemeinen zu einem Modell, das überangepasst ist und in der Praxis nicht gut funktioniert.

ANMERKUNG 1 Das Prinzip der Parsimonie ist, dass die annehmbarste Erklärung für ein Ereignis, ein Phänomen oder eine Begebenheit die einfachste ist, die die wenigsten Einheiten und Annahmen umfasst.

Die dementsprechenden Bias-Korrekturen sind auf eine konstante Korrektur, eine proportionale Korrektur oder eine lineare (proportionale + konstante) Korrektur beschränkt.

Diese Form der Bias-Korrektur-Verfahren sind methodensymmetrisch in dem Sinne, dass äquivalente Korrekturen erhalten werden, unabhängig davon, welches Prüfverfahren zur Anpassung an das andere Prüfverfahren korrigiert wird.

Die in diesem Dokument beschriebene Methodik ist nur anwendbar, wenn der mit den einzelnen Mittelwerten verbundene Standardfehler bekannt ist oder berechnet werden kann und die mit allen Standardfehlern verbundenen Freiheitsgrade mindestens 30 betragen.

Diese Methodik wird auf eine Datenquelle angewandt, die aus einer MSMLS abgeleitet wurde. Die Untersuchung muss an mindestens 10 unabhängigen Materialien durchgeführt werden, welche die sich überschneidenden Anwendungsbereiche der Prüfverfahren abdecken. Die Ergebnisse müssen von mindestens sechs (6) Laboren stammen, die jedes Verfahren anwenden.

Die Ergebnisse werden mit demselben Vergleichsprobensatz erhalten, und es wird empfohlen, dass nicht beide Prüfverfahren von demselben Labor durchgeführt werden. Ist dies der Fall, muss darauf geachtet werden, dass die Unabhängigkeit der Prüfergebnisse sichergestellt ist, z. B. durch Doppelblindprüfungen von Proben in zufälliger Reihenfolge.

Diese Methodik darf nicht auf Grundlage einer vorläufig oder vorübergehend veröffentlichten Präzisionserklärung angewendet werden. Einer vorläufigen oder vorübergehenden Präzisionserklärung fehlt in der Regel die Größenordnung der verwendeten Datenmenge, so dass nicht genügend Freiheitsgrade zur Verfügung stehen.

Die Kombination mehrerer Datenquellen ist zulässig, sofern die in diesem Dokument festgelegten Qualitätsanforderungen an den Datensatz erfüllt werden.

Die von den einzelnen Laboren angewandten Prüfverfahren müssen einer statistischen Kontrolle unterliegen, die den Anforderungen der ISO 4259-4 entspricht.

Diese Methodik erfordert Daten mit einer ausreichenden Auflösung, um eine statistisch aussagekräftige Beobachtung der Streuung zu ermöglichen. Eine statistisch aussagekräftige Streuung setzt voraus, dass die Gesamtanzahl der eindeutigen Werte in einem Datensatz, d. h. die Laborergebnisse der einzelnen Proben für die einzelnen Prüfverfahren, ausreichend groß sein sollte. Ist die Anzahl der Einzelwerte im Datensatz nach Ansicht des Analytikers unzureichend, müssen die Daten erneut bei den betreffenden Laboren mit ausreichender Auflösung angefordert werden. Stehen die Daten nur mit unzureichender Auflösung zur Verfügung, sollte diese Auswertung nicht fortgesetzt werden.

Falls die Daten für das Verfahren aus einem Ringversuch stammen, müssen alle Anforderungen der ISO 4259-1 erfüllt sein, und die zusätzlichen Anforderungen an die Daten des Eignungsprüfungsprogramms (PTP) gelten nicht.

ANMERKUNG 2 Die Hebelwirkung ist ein Maß dafür, wie weit die unabhängigen Variablen einer Beobachtung von denen der anderen Beobachtungen entfernt sind.

ANMERKUNG 3 Die Cook's Distanz ist eine Abschätzung des Einflusses eines Datenpunktes. Sie wird mit Bezug auf Datenpunkte verwendet, die besonders einflussreich sind und um diejenigen zu identifizieren, deren Validität besonders prüfenswert ist.

5.2 Zusätzliche Anforderungen für PTP-Daten

5.2.1 Allgemeine Bedingungen

Die statistischen Berechnungen sind auch für diese Beurteilung anwendbar, vorausgesetzt, die Ergebnisse und die zugehörigen Statistiken für das Prüfverfahren wurden aus einem PTP erhalten, das die Anforderungen der ISO 4259-3 erfüllen muss. Ein Merkmal der aus einem derartigen PTP gewonnenen Daten ist, dass für die einzelnen Proben ein Einzelergebnis durch die einzelnen Labore für das Prüfverfahren geliefert wird.

Für die Verwendung von PTP-Daten gelten die folgenden Anforderungen:

- die Ergebnisse müssen von mindestens 10 Laboren stammen, die das Prüfverfahren anwenden, und gleichmäßig über den Bereich verteilt sein;
- der Hebel der einzelnen Proben im Datensatz darf den Grenzwert von 0,5 nicht überschreiten (siehe 5.2.2);
- es müssen die Anderson-Darling-Statistiken für die Prüfungen auf Normalverteilung der Laborergebnisse je Probe $\leq 1,12$ angewendet werden (siehe 5.2.3);
- die Probenstandardabweichungen dürfen die veröffentlichte Vergleichsstandardabweichung für mindestens 80 % der Proben auf dem Signifikanzniveau von 0,05 nicht signifikant überschreiten (siehe 5.2.4).

5.2.2 Prüfung auf das Vorliegen extremer Proben

Der Hebelwert h_i für die einzelnen Proben i im Datensatz wird untersucht und darf den Grenzwert von 0,5 nicht überschreiten. Wenn ein Wert für h_i einer Probe diesen Grenzwert überschreitet, wird diese Probe als extrem (Ausreißer) eingestuft. Für jedes der beiden Verfahren wird der Mittelwert der Laborergebnisse für die einzelnen Proben berechnet. Anschließend werden die einzelnen Labormittelwerte je Probe über beide Prüfverfahren gemittelt.

Der Hebelwert h_i ergibt sich aus Gleichung (1):

$$h_i = \frac{1}{S} + \frac{(Z_i - \bar{Z})^2}{\sum_{k=1}^S (Z_k - \bar{Z})^2} \quad (1)$$

Dabei ist

h_i der Hebelwert der Probe i , $i = 1 \dots S$;

S die Gesamtanzahl der Proben;

Z_i der natürliche Logarithmus (ln) des Probenmittelwerts, gemittelt über beide Verfahren;

$\bar{Z}$ der Gesamtmittelwert von Z_i .

Werden eine oder mehrere Proben als extrem (Ausreißer) eingestuft, so müssen sie eliminiert werden, und das Verfahren sollte wiederholt werden. Die Mindestanzahl der verbleibenden Proben muss berücksichtigt werden. Kann die Mindestanzahl der Proben nicht mehr eingehalten werden, muss das Verfahren abgebrochen werden.

5.2.3 Prüfung auf Verteilung der Laborergebnisse

Die Verteilung der Laborergebnisse für die einzelnen Proben wird auf Normalität geprüft, indem die Anpassungsgüte der Normalverteilung unter Verwendung der Anderson-Darling-Statistik für die einzelnen Proben bestätigt wird.

ANMERKUNG 1 Der Anderson-Darling-Test ist ein statistischer Test, mit dem geprüft wird, ob ein bestimmter Datensatz einer bestimmten Wahrscheinlichkeitsverteilung entnommen wurde. Im Rahmen dieses Dokuments wird dieser Test als Prüfung auf Normalität verwendet, wobei die Parameter der Wahrscheinlichkeitsverteilung (Mittelwert und Standardabweichung) anhand der Probe geschätzt werden. Siehe Verweisung [7] für weitere Einzelheiten.

ANMERKUNG 2 Der kritische Wert von 1,12 basiert auf einem Signifikanzniveau von etwa 1 %, wobei die Auswirkungen der Rundung der Eingabedaten auf die Auflösung berücksichtigt werden.

Die Teststatistik A_i^{2*} wird nach Gleichung (2) berechnet:

$$A_i^{2*} = A_i^2 \left(1 + \frac{0,75}{N_i} + \frac{2,25}{N_i^2} \right) \quad (2)$$

Dabei ist

N_i die Gesamtanzahl der Laborergebnisse im Datensatz;

$$A_i^2 = -N - \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (2i-1) \{ \ln[F(x_i)] + \ln[1-F(x_{N-i+1})] \}$$

$F(x_i)$ die kumulative Normalverteilungsfunktion auf Grundlage von Probenmittelwert und Standardabweichung;

x_i die in aufsteigender Reihenfolge sortierten Daten, $x_1 \leq x_2 \leq x_3 \dots \leq x_N$.

Es wird angenommen, dass die Verteilung der Ergebnisse einer Normalverteilung folgt, wenn der entsprechende A_i^{2*} Wert $\leq 1,12$ ist.

Ergibt diese Prüfung, dass die Verteilung einer oder mehrerer Proben das zuvor genannte Kriterium nicht erfüllt, muss diese Probe eliminiert werden. Die Mindestanzahl der Proben für dieses Verfahren sollte berücksichtigt werden. Kann die Mindestanzahl der Proben nicht mehr eingehalten werden, muss das Verfahren abgebrochen werden.

Daten mit unzureichender Auflösung aufgrund von Rundungen können die Normalitätsbewertungsstatistiken überbewerten. Zu Auflösungsbestimmungen siehe 5.1.

5.2.4 Vergleich der Präzision

Die Probenstandardabweichungen s_i sollten die veröffentlichten Vergleichbarkeitsstandardabweichungen s_{Ri} für mindestens 80 % der Proben bei einem Signifikanzniveau von 0,05 unter Verwendung eines statistischen F-Tests für den Vergleich von zwei Varianzen s_i und s_{Ri} nicht signifikant überschreiten.

Für jede Probe i , bei der s_i numerisch größer als s_{Ri} ist, ist der folgende F-Test nach Gleichung (3) durchzuführen:

$$F = \frac{s_i^2}{s_{Ri}^2} \quad (3)$$

Dabei ist

s_i die Standardabweichung der Probe i , berechnet aus den Laborergebnissen;

s_{Ri} die veröffentlichte Standardabweichung der Vergleichbarkeit, bewertet auf Konzentrationsniveau der gemittelten Ergebnisse für Probe i .

Die Anzahl der Freiheitsgrade in Verbindung mit s_i ist gleich $N-1$, wobei N die Anzahl der Ergebnisse für die Probe i ist.

Die Anzahl der zu s_{Ri} gehörenden Freiheitsgrade wird vorzugsweise aus der veröffentlichten Präzisionserklärung des Prüfverfahrens oder dem zugrunde liegenden Forschungsbericht entnommen. Wird s_{Ri} nicht als solches angegeben, ist es zulässig s_{Ri} auf Grundlage der veröffentlichten Vergleichbarkeit R_i geschätzt werden, und zwar nach der Gleichung $s_{Ri} = R_i / (t\sqrt{2})$, wobei t den Student- t -Wert bei einem Vertrauensniveau von 0,05 und die mit R_i verbundenen Freiheitsgrade darstellt.

Sind im letztgenannten Fall die Freiheitsgrade für R_i nicht bekannt, darf der Mindestwert von 30 angesetzt werden, und die veröffentlichte Standardabweichung der Vergleichbarkeit wird durch $s_{Ri} = (R_i / 2,888)$ geschätzt.

Wird das vorgenannte Kriterium bei einer oder mehreren Proben nicht erfüllt, so sind die fehlerhaften Proben zu eliminieren. Die Mindestanzahl der Proben für dieses Verfahren sollte berücksichtigt werden. Kann die Mindestanzahl der Proben nicht mehr eingehalten werden, muss das Verfahren abgebrochen werden.

5.3 Kurze Abfolge der Verfahrensschritte

In der folgenden komprimierten Übersicht sind die Verfahrensschritte zusammengefasst. Siehe Bild 1 und Bild 2 für ein Flussdiagramm dieser Verfahrensschritte.

1) Prüfung der Eignung der verfügbaren Daten

Die verfügbaren Daten werden in Bezug auf die allgemeinen Anforderungen (siehe 5.1) überprüft. Gegebenenfalls werden die zusätzlichen Anforderungen bei Verwendung von PTP-Daten (siehe 5.2, 5.2.1, 5.2.2, 5.2.3 und 5.2.4) ebenfalls überprüft.

2) Berechnung der Mittelwerte und des Standardfehlers der Proben

Die arithmetischen Mittelwerte der Ergebnisse für die einzelnen gemeinsamen Proben, die mit den einzelnen Verfahren erhalten wurden, werden berechnet (siehe 6.1.2) und die Schätzwerte für die Standardfehler dieser Mittelwerte werden berechnet (siehe 6.1.3).

3) Prüfung der Eignung der Daten

Es wird geprüft, ob die Eigenschaften beider Verfahren ausreichend streuen, indem für die einzelnen Verfahren die gewichteten Summen der quadrierten Residuen für die Gesamtabweichung der mittleren Ergebnisse über alle gemeinsamen Proben berechnet werden. Diese Quadratsummen werden mit den Standardfehlern der Mittelwerte für die einzelnen Verfahren verglichen, um sicherzustellen, dass die Proben ausreichend streuen, bevor mit dem Verfahren fortgefahren wird (siehe 6.2.1).

Es wird geprüft, ob eine ausreichende Korrelation zwischen den beiden Verfahren besteht, indem die gewichteten Summen der quadrierten Residuen für die lineare Korrektur mit der Gesamtabweichung der Mittelwerte für beide Verfahren verglichen werden, um sicherzustellen, dass eine ausreichende Korrelation zwischen den beiden Verfahren besteht (siehe 6.2.2).

4) Berechnung der Bias-Korrektur-Statistiken für jede Bias-Korrektur-Klasse

Der Grad der Übereinstimmung der Mittelwerte der einzelnen Verfahren wird unter Verwendung geeigneter gewichteter Summen der quadrierten Residuen beurteilt. Diese Quadratsummen werden aus den Daten zunächst ohne Bias-Korrektur, dann mit einer konstanten Bias-Korrektur, dann ggf. mit einer proportionalen Korrektur und schließlich mit einer linearen (proportionalen + konstanten) Korrektur berechnet (siehe 6.3).

5) Auswahl der geeigneten Bias-Korrektur-Klasse

Die am besten geeignete Bias-Korrektur wird auf Grundlage der gewichteten Summe der quadrierten Residuen aus den einzelnen Bias-Korrekturen und den entsprechenden t - und F -Tests ausgewählt (siehe 6.4).

6) Prüfung auf Normalverteilung der Residuen

Die (gewichteten) Residuen je Probe werden auf Normalität geprüft. Die Residuen sind definiert als die Differenz zwischen jedem einzelnen Y_i und dem Bias-korrigierten X_i . Die Prüfung auf Normalität wird mit dem Anderson-Darling-Test auf Normalverteilung der Residuen durchgeführt. Wenn sich herausstellt, dass die gewichteten Residuen nicht normalverteilt sind, wird dieses Verfahren als beendet angesehen (siehe 6.5).

7) Prüfung auf probenspezifische systematische Abweichungen

Die gewichtete Summe der quadrierten Residuen wird bewertet, um festzustellen, ob zusätzliche ungeklärte Abweichungsquellen in den Residualdaten verbleiben (siehe 6.6).

Jede verbleibende, ungeklärte Abweichung wird probenspezifischen systematischen Abweichungen zugeschrieben, die auch als Verfahren/Material-Wechselwirkungen oder Matrixeffekte bezeichnet werden. Wenn sich probenspezifische systematische Abweichungen als konsistent mit einem Modell mit zufälligen Auswirkungen erweisen, wird ihr Beitrag zur Vergleichbarkeit zwischen den Verfahren geschätzt und zu einer Gesamtschätzung der Vergleichbarkeit zwischen den Verfahren kumuliert.

8) Berechnung der Vergleichbarkeit zwischen den Verfahren

Es wird die Vergleichbarkeit zwischen den Verfahren unter Berücksichtigung möglicher probenspezifischer systematischer Abweichungen berechnet.

Falls sich herausstellt, dass die Residuen normalverteilt sind und keine probenspezifischen systematischen Abweichungen vorliegen, wird die Vergleichbarkeit zwischen den Verfahren nach Gleichung (40) berechnet.

Falls die Residuen normalverteilt sind und probenspezifische systematische Abweichungen vorliegen, wird die Vergleichbarkeit zwischen den Verfahren nach Gleichung (41) berechnet.

9) Angaben im Prüfbericht

Die Ergebnisse dieses Verfahrens werden im Abschnitt über Präzision und Abweichung der entsprechenden Norm(en) angegeben (siehe Abschnitt 7).

10) Bestätigung der Korrelation

Die Ergebnisse der Beurteilung werden in regelmäßigen Abständen von den Anwendern der Korrelation bestätigt, indem die Differenzstatistiken mittels Regelkarten überwacht werden (siehe Abschnitt 8).

5.4 Flussdiagramm des Verfahrens

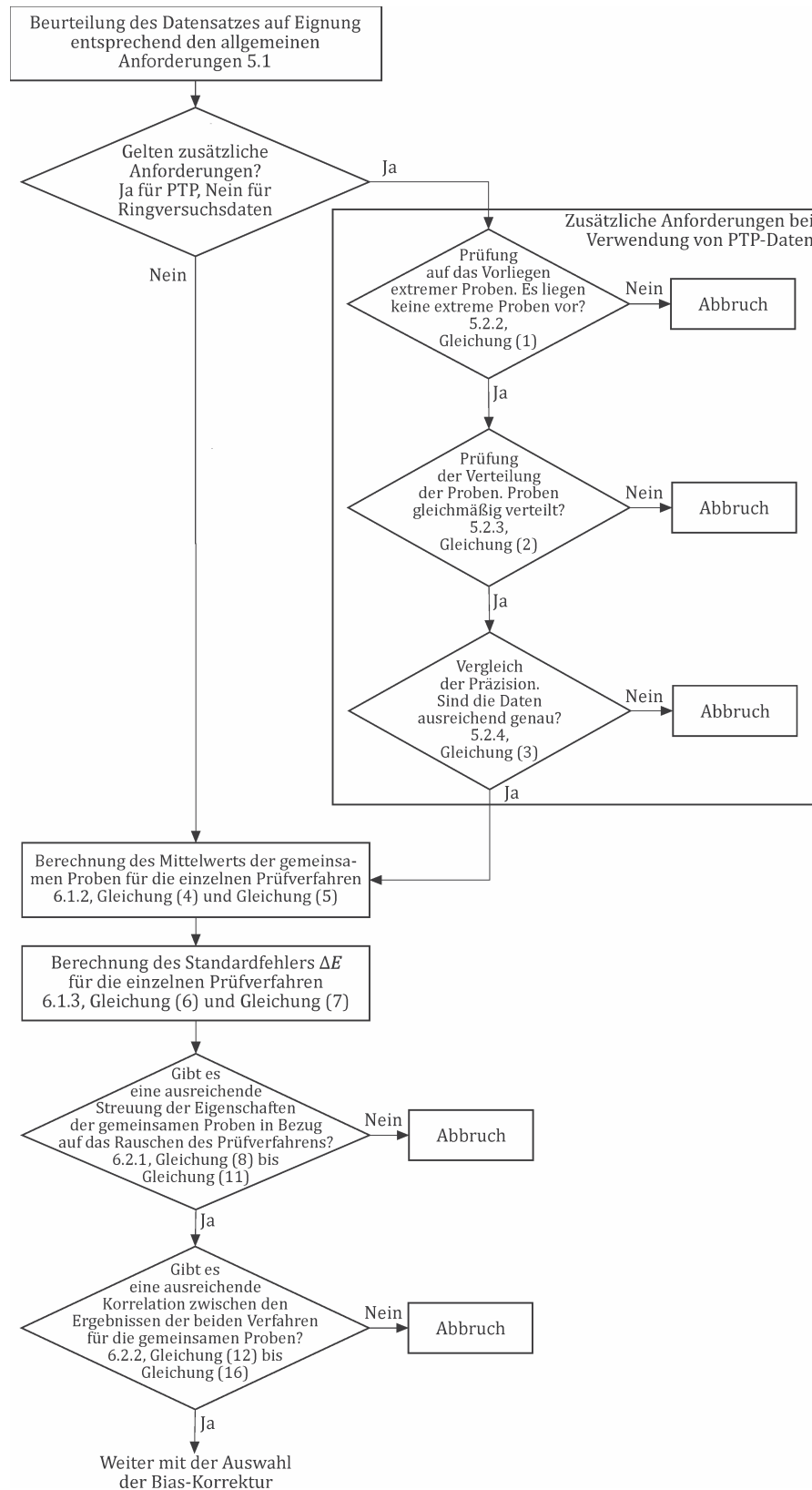


Bild 1 — Flussdiagramm zur Eignung und Anwendbarkeit der Daten