

DIN EN ISO 4259-2



ICS 75.080

Entwurf

Einsprüche bis 2016-03-08
Vorgesehen mit
E DIN EN ISO 4259-1:2016-02
als Ersatz für
DIN EN ISO 4259:2006-10

**Mineralölerzeugnisse –
Präzision von Messverfahren und Ergebnissen –
Teil 2: Anwendung der Werte für die Präzision von Prüfverfahren
(ISO/DIS 4259-2:2016);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 4259-2:2016**

Petroleum products –

Precision of measurement methods and results –

Part 2: Application of precision data in relation to methods of test (ISO/DIS 4259-2:2016);
German and English version prEN ISO 4259-2:2016

Produits pétroliers –

Fidélité des méthodes de mesure et des résultats –

Partie 2: Application des valeurs de fidélité relatives aux méthodes d'essai
(ISO/DIS 4259-2:2016);

Version allemande et anglaise prEN ISO 4259-2:2016

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2016-01-08 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an stellungnahme@fam-hamburg.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP, 22205 Hamburg, Postfach 60 05 49 (Hausanschrift: Überseering 40, 22297 Hamburg).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

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

Gesamtumfang 61 Seiten

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 4259-2:2016) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 28 „Petroleum products and related products of synthetic or biological origin“, dessen Sekretariat vom NEN (Niederlande) gehalten wird, in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte mit mineralölstämmiger, synthetischer oder biologischer Herkunft“ erarbeitet.

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

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der prEN ISO 4259-2 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

DIN EN ISO 4259 *Mineralölerzeugnisse — Präzision von Messmethoden und Ergebnissen* besteht aus folgenden Teilen:

— Teil 1: *Bestimmung der Werte für die Präzision von Prüfverfahren*

— Teil 2: *Anwendung der Werte für die Präzision von Prüfverfahren*

Die Veröffentlichung eines dritten Teils über die Überwachung und das Management der Werte für die Präzision von Prüfverfahren ist für einen späteren Zeitpunkt geplant.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 4259-1 siehe DIN EN ISO 4259-1

ISO 5725-2 siehe DIN ISO 5725-2

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 4259:2006-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Aufteilung dieser Norm in 2 Teile;
- b) umfassende Überarbeitung der früheren Abschnitte 7 bis 10 sowie der Anhänge H bis I.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 4259-1, *Mineralölerzeugnisse — Präzision von Messmethoden und Ergebnissen — Teil 1: Bestimmung der Werte für die Präzision von Prüfverfahren*

DIN ISO 5725-2, *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)*

— Leerseite —

Mineralölerzeugnisse — Präzision von Messverfahren und Ergebnissen — Teil 2: Anwendung der Werte für die Präzision von Prüfverfahren (ISO/DIS 4259-2:2016)

Produits pétroliers — Fidélité des méthodes de mesure et des resultats — Partie 2 : Application des valeurs de fidélité relatives aux méthodes d'essai (ISO/DIS 4259-2:2016)

Petroleum products — Precision of measurement methods and results — Part 2: Application of precision data in relation to methods of test (ISO/DIS 4259-2:2016)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.7g

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Anwendung und Bedeutung von Wiederholbarkeit (r) und Vergleichbarkeit (R)	8
4.1 Allgemeines	8
4.2 Wiederholbarkeit r	8
4.2.1 Allgemeines	8
4.2.2 Zulässigkeit der Ergebnisse	8
4.2.3 Berechnungen der Vertrauensgrenzen anhand von unter Wiederholbedingungen r und R gesammelten Ergebnissen	9
4.3 Vergleichbarkeit R	9
4.3.1 Zulässigkeit der Ergebnisse	9
4.3.2 Berechnung der Vertrauensgrenzen anhand von unter Vergleichbarkeitsbedingungen r und R gesammelten Ergebnissen	11
4.4 Verwendung der Vergleichbarkeit zur Bestimmung der systematischen Abweichung zwischen zwei unterschiedlichen Prüfverfahren für die Messung desselben Merkmals	11
4.4.1 Allgemeines	11
4.4.2 Prozess	12
5 Anforderungen/Spezifikationen	12
5.1 Zweck von Spezifikationen	12
5.2 Erstellung von Spezifikationsgrenzwerten hinsichtlich der Präzision des festgelegten Prüfverfahrens	13
6 Qualitätsprüfung auf Übereinstimmung mit Spezifikationen	14
6.1 Allgemeines	14
6.2 Prüfgrenzwerte beim Lieferanten	15
6.3 Prüfgrenzwerte beim Abnehmer	15
6.3.1 Einzelne Charge des Erzeugnisses	15
6.3.2 Mehrere Chargen des Erzeugnisses	16
6.3.3 Ablaufdiagramm für den Abnehmer zur Beurteilung der Übereinstimmung für eine einzelne Charge des Erzeugnisses	16
7 Schiedsverfahren	17
7.1 Lösen des Schiedsfalls durch Verhandlung	17
7.2 Verfahrensweisen zum Lösen des Schiedsfalls	17
Anhang A (informativ) Erläuterung der in Abschnitt 7 angegebenen Formeln	21
Anhang B (informativ) Spezifikationen bezogen auf eine bestimmte Kritikalität	24
B.1 Kritikalität von Spezifikationen	24
B.2 Aufbau der Spezifikationen	24
B.3 Qualitätsprüfung auf Übereinstimmung mit Spezifikationen	24
B.3.1 Allgemeines	24
B.3.2 Prüfgrenzwerte für ein Einzelergebnis	24

B.3.3	Prüfgrenzwerte für mehrere Ergebnisse desselben Laboratoriums	25
B.3.4	Prüfgrenzwerte für Ergebnisse mehrerer Laboratorien	25
B.4	Durchführung des Schiedsverfahrens	26
Anhang C (informativ) Statistische Prozesslenkung bei der Durchführung von Prüfverfahren durch ein Laboratorium.....		27
C.1.1	Hintergrund.....	27
C.1.2	Arbeitsprozess.....	28
Anhang D (informativ) Allgemeine Verfahrensweise bei der Beurteilung der systematischen Abweichung unter Verwendung mehrerer Materialien.....		29
Literaturhinweise.....		31

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 4259-2:2016) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 28 „Mineralölerzeugnisse und verwandte Produkte mit synthetischer oder biologischer Herkunft“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte mit mineralölstämmiger, synthetischer oder biologischer Herkunft“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 4259-2:2016 wurde vom CEN als prEN ISO 4259-2:2016 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees 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 Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen 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. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien 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 empfangenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der WTO-Grundsätze zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: Foreword - Supplementary information.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 28, Petroleum products and related products of synthetic or biological origin.

Diese Ausgabe ersetzt gemeinsam mit Teil 1 die dritte Ausgabe (ISO 4259:2006). Sie enthält den Inhalt der früheren Abschnitte 7 bis 10 sowie zusammenhängend die Anhänge H und I, die umfassend überprüft und überarbeitet wurden. Die verbleibenden Abschnitte sowie die Anhänge A bis G der dritten Ausgabe (ISO 4259:2006) werden durch ISO 4259-1 ersetzt.

ISO 4259 besteht unter dem allgemeinen Titel *Petroleum and related products — Precision of measurement methods and results* aus folgenden Teilen:

- *Part 1: Determination of precision data in relation to methods of test;*
- *Part 2: Interpretation and Application of precision data in relation to methods of test.*

Die Veröffentlichung eines dritten Teils über die Überwachung und das Management der Werte für die Präzision von Prüfverfahren ist für einen späteren Zeitpunkt geplant.

Einleitung

Für die Festlegung von Produktspezifikationen und zur Überprüfung der Übereinstimmung von Erzeugnissen mit diesen Spezifikationen werden Standardprüfverfahren gewöhnlich für bestimmte Merkmale von handelsüblichen Mineralölerzeugnissen in Bezug genommen. Zwei oder mehr Messungen desselben Merkmals einer vorgegebenen Probe nach einem bestimmten Prüfverfahren oder nach unterschiedlichen Prüfverfahren für die Messung desselben Merkmals werden gewöhnlich nicht genau dasselbe Ergebnis liefern. Es ist daher notwendig, dieser Gegebenheit bei der Festlegung von Produktspezifikationen Rechnung zu tragen, d. h. eine Beurteilung, ob die Differenzen zwischen Prüfergebnissen innerhalb der statistischen Erwartungen liegen sowie Entscheidungen hinsichtlich der Übereinstimmung mit Spezifikationen auf der Grundlage begrenzter Prüfergebnisse. Durch Verwendung von auf statistischer Grundlage beruhenden Schätzwerten für die Präzision eines Prüfverfahrens kann Folgendes erreicht werden:

- eine objektive Beurteilung für das Maß der Zuverlässigkeit von Spezifikationsgrenzen;
- eine Entscheidung hinsichtlich der Übereinstimmung mit Spezifikationen; und
- das zu erwartende Maß der Übereinstimmung zwischen zwei oder mehr unter bestimmten Umständen erzielten Ergebnissen.

ISO 4259-2 beschreibt die nach ISO 4259-1 abgeleiteten Anwendungen der Präzision eines Prüfverfahrens. Sie ist als Begleitdokument für ISO 4259-1 vorgesehen. Sie enthält zusätzliche normative und informative Erörterungen zur Anwendung dieser Präzision für die Beurteilung des Status „unter statistischer Prozesslenkung“ und der Präzisionsfähigkeit eines bestimmten Laboratoriums bei der Durchführung eines Prüfverfahrens. Ebenfalls enthalten ist der allgemeine Ansatz für die Übereinstimmung zwischen zwei unterschiedlichen Prüfverfahren für die Messung desselben Merkmals.

Die zwei Teile von ISO 4259 umfassen sowohl die Bestimmung von Schätzwerten der Präzision als auch die Anwendung von Präzisionswerten. Sie kombinieren die Angaben nach ASTM D 6300 [1] bezüglich der Bestimmung von Schätzwerten der Präzision und die Angaben nach ASTM D 3244 [2] bezüglich der Anwendung von Prüfverfahren.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm behandelt die Methodik für die Anwendung von Schätzwerten für die Präzision eines Prüfverfahrens nach ISO 4259-1. Insbesondere enthält sie die Verfahren für die Festlegung von Spezifikationsgrenzen eines Merkmals auf der Grundlage der Präzision eines Prüfverfahrens, wenn das Merkmal unter Anwendung eines vorgegebenen Prüfverfahrens bestimmt wird, und die Bestimmung des Maßes der Übereinstimmung mit der Spezifikation im Fall von widersprüchlichen Prüfergebnissen zwischen Lieferant und Abnehmer. Grundlagen anderer Anwendungen für die Präzision eines Prüfverfahrens sind kurz beschrieben ohne die zugehörigen Verfahrensweisen, welche durch einen künftigen Teil dieser Norm abgedeckt werden sollen.

Die Verfahren in dieser Internationalen Norm wurden speziell für Mineralölerzeugnisse und verwandte Produkte entwickelt, die im Allgemeinen homogene Produkte sind. Die in dieser Internationalen Norm beschriebenen Verfahren können jedoch auch auf andere Arten von homogenen Erzeugnissen angewendet werden. Vor der Anwendung dieser Internationalen Norm auf andere Erzeugnisse, bei denen die Ausnahme der Homogenität hinterfragt werden kann, sind sorgfältige Untersuchungen hinsichtlich der Anwendbarkeit erforderlich.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. 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*

3 Begriffe

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

3.1

Eignungsprüfungsprogramm (PTP)

en: proficiency testing program

Programm, das entwickelt wurde für die wiederkehrende Beurteilung der Fähigkeiten teilnehmender Prüflaboratorien hinsichtlich eines Standard-Prüfverfahrens anhand der statistischen Auswertung ihrer Prüfergebnisse, welche mit aus einer einzelnen Charge homogenen Materials entnommenen Teilproben erzielt wurden

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Häufigkeit derartiger Prüfungen ist vom Ziel des Programms abhängig. Jede Durchführung der Prüfung umfasst die Untersuchung einer einzelnen Charge von Material. Materialien unterscheiden sich gewöhnlich von Prüfung zu Prüfung.

Anmerkung 2 zum Begriff: Es wird allgemein auch als Laborvergleichsprüfungsprogramm (ILCP, en: Inter Laboratory Cross Check Program) bezeichnet.

3.2

Abnehmer

jede Einzelperson oder juristische Person, die ein Erzeugnis vom Lieferanten empfängt oder anerkennt

3.3

Lieferant

jede Einzelperson oder juristische Person, die für die Qualität des Erzeugnisses verantwortlich ist, gerade bevor es von einem Abnehmer übernommen wird

4 Anwendung und Bedeutung von Wiederholbarkeit (r) und Vergleichbarkeit (R)

4.1 Allgemeines

Die Werte für diese Größen werden anhand der Varianzanalyse (zweifaktoriell mit Replikation) abgeschätzt, die mit Prüfergebnissen aus einem nach statistischen Gesichtspunkten aufgebauten Ringversuch durchgeführt wird, bei dem verschiedene Laboratorien jeweils eine Reihe von Proben untersucht haben. Nach ISO 4259-1 abgeschätzte Werte für die Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit oder vergleichbare, mit anderen statistischen Techniken bestimmte Schätzwerte müssen in jedem veröffentlichten Prüfverfahren enthalten sein, und es wird darauf hingewiesen, dass die Vergleichbarkeit im Allgemeinen größer ist als die Wiederholbarkeit, bei einem numerischen Grenzwert, der nicht geringer als die Wiederholbarkeit ist.

ANMERKUNG Siehe Anhang A zu einer Darstellung der statistischen Grundlage der Formeln in diesem Abschnitt.

In den nachstehenden Abschnitten wird angenommen, dass das/die Prüfergebnis(se) mit einem Prüfverfahren unter statistischer Prozesslenkung erzielt werden. Zur Bestimmung des Status „unter statistischer Prozesslenkung“ siehe Anhang B.

4.2 Wiederholbarkeit r

4.2.1 Allgemeines

Die meisten Laboratorien führen zum Zweck routinemäßiger Qualitätslenkung nicht mehr als eine Prüfung an jeder Probe durch, außer unter bestimmten Umständen, wie in Schiedsfällen, oder wenn der Bearbeiter eine zufriedenstellende Bestätigung für seine Arbeitsweise benötigt. Unter derartigen Umständen, bei denen mehrere Ergebnisse erhalten werden, ist es angebracht, die Übereinstimmung der Wiederholergebnisse mit der Wiederholbarkeit des Prüfverfahrens zu kontrollieren; ein geeignetes Verfahren dazu ist 4.2.2 zu entnehmen. Eine Kenntnis über das Maß an Vertrauen, das den Mittelwerten entgegengebracht werden darf, ist ebenfalls von Nutzen, und ein Bestimmungsverfahren hierfür wird in 4.2.3 gegeben.

4.2.2 Zulässigkeit der Ergebnisse

Wenn nur zwei Ergebnisse unter Wiederholbedingungen erhalten werden und ihre Differenz kleiner als oder gleich der Wiederholbarkeit r ist, so darf der Bearbeiter seine Arbeit als normgerecht ansehen und den Mittelwert seiner beiden Ergebnisse als den Schätzwert für das untersuchte Merkmal annehmen.

Falls die beiden Ergebnisse sich um mehr als die Wiederholbarkeit r unterscheiden, müssen beide Ergebnisse als unsicher betrachtet und mindestens drei weitere Ergebnisse ermittelt werden. Dann muss unter Einschluss der beiden ersten Werte die Differenz zwischen dem am stärksten abweichenden Ergebnis und dem Mittelwert der jeweils übrigen Ergebnisse berechnet und diese Differenz mit einem neuen Wert r_1 anstelle von r verglichen werden, der sich aus Formel (1) ergibt:

$$r_1 = r \sqrt{\frac{k}{2(k-1)}} \quad (1)$$

Dabei ist

k die Gesamtanzahl der erzielten Ergebnisse.

Ist die Differenz kleiner oder gleich r_1 , müssen alle Ergebnisse als gültig anerkannt werden. Ist die Differenz größer als r_1 , muss das am stärksten abweichende Ergebnis verworfen und der in diesem Abschnitt festgelegte Vorgang mit den übrigen Ergebnissen wiederholt werden, bis eine zulässige Reihe von Ergebnissen erhalten wird.

Der Mittelwert dieser zulässigen Ergebnisse muss als der Schätzwert für die Eigenschaft angenommen werden. Wenn jedoch zwei oder mehr Ergebnisse aus einer Gesamtzahl von nicht mehr als 20 Ergebnissen verworfen wurden, so sind Arbeitsverfahren und Prüfgerät zu überprüfen und es ist, wenn möglich, eine neue Reihe von Prüfungen durchzuführen.

4.2.3 Berechnungen der Vertrauensgrenzen anhand von unter Wiederholbedingungen r und R gesammelten Ergebnissen

Wenn ein einzelner Bearbeiter, der innerhalb der Präzisionsgrenzen des Prüfverfahrens arbeitet, eine Reihe von k ($k \geq 2$) Ergebnissen unter Wiederholbedingungen erhält, die einen Mittelwert $\bar{X}$ ergeben, und die Prüfergebnisse der Anforderung an die Wiederholbarkeit nach 4.2.2 entsprechen, kann auf einem Vertrauensniveau von 95 % angenommen werden, dass der wahre Wert μ dieser Eigenschaft innerhalb folgender Grenzen liegt:

$$\left(\bar{X} - \frac{R}{\sqrt{2}}\right) \leq \mu \leq \left(\bar{X} + \frac{R}{\sqrt{2}}\right) \quad (2)$$

Dabei ist

$$R_1 = \sqrt{R^2 - r^2 \left(1 - \frac{1}{k}\right)} \quad (3)$$

Wenn $k = 1$, ist das einzelne Prüfergebnis als der Wert für den Ausdruck $\bar{X}$ wie folgt zu verwenden.

$$\left(X - \frac{R}{\sqrt{2}}\right) \leq \mu \leq \left(X + \frac{R}{\sqrt{2}}\right) \quad (4)$$

Ähnlich kann für eine einseitige Grenzsituation, wenn nur eine (obere oder untere) Grenze festgelegt ist, angenommen werden, dass bei einem Vertrauensniveau von 95 % der wahre Wert μ für die jeweilige Eigenschaft wie folgt begrenzt wird:

$$\mu \leq (\bar{X} + 0,59R_1) \text{ (oberer Grenzwert)} \quad (5a)$$

oder

$$\mu \geq (\bar{X} - 0,59R_1) \text{ (unterer Grenzwert)} \quad (5b)$$

Der Faktor 0,59 ergibt sich aus dem Verhältnis $0,84/\sqrt{2}$, wobei der Wert 0,84 in Anhang A abgeleitet wurde.

Wenn r sehr viel kleiner ist als R , werden geringfügige Verbesserungen in der Präzision des Mittelwertes erhalten, wenn mehrmalige Prüfungen unter Wiederholbedingungen durchgeführt werden.

4.3 Vergleichbarkeit R

4.3.1 Zulässigkeit der Ergebnisse

Das in 4.3 festgelegte Vorgehen ermöglicht hinsichtlich der Vergleichbarkeit des Prüfverfahrens eine Beurteilung der Zulässigkeit von Ergebnissen, die in unterschiedlichen Laboratorien in üblicher, täglicher Arbeitsweise und Durchführung erhalten werden. In Schiedsfällen zwischen einem Lieferanten und einem Abnehmer muss die Verfahrensweise nach den Abschnitten 5 bis 7 angewendet werden.

Wenn in zwei Laboratorien je ein Einzelergebnis erhalten wird und deren Differenz kleiner oder gleich R ist, dann müssen beide Ergebnisse als gültig anerkannt und für die Berechnung des Mittelwertes $\bar{X}$ verwendet werden. Der Mittelwert $\bar{X}$ und nicht ein Einzelwert ist dann als der Schätzwert für das untersuchte Merkmal zu verwenden.

Der wahre Wert μ der Eigenschaft liegt innerhalb der folgenden Grenzen mit einem Vertrauensniveau von 95 %:

$$\left(\bar{X} - \frac{R}{\sqrt{2}}\right) \leq \mu \leq \left(\bar{X} + \frac{R}{\sqrt{2}}\right) \quad (6)$$

Ähnlich ergibt sich für eine einseitige Grenzsituation, wenn nur ein (oberer oder unterer) Grenzwert festgelegt ist, dass der wahre Wert μ der Eigenschaft innerhalb der folgenden Grenzen mit einem Vertrauensniveau von 95 % liegt:

$$\mu \leq (\bar{X} + 0,42R_1) \text{ (oberer Grenzwert)} \quad (7a)$$

oder

$$\mu \geq (\bar{X} - 0,42R_1) \text{ (unterer Grenzwert)} \quad (7b)$$

Wenn sich die beiden Ergebnisse um mehr als R unterscheiden, müssen beide Ergebnisse als fraglich angesehen werden. Jedes Laboratorium muss dann mindestens drei weitere gültige Ergebnisse ermitteln (siehe 4.2.2).

In diesem Fall ist die Differenz zwischen den Mittelwerten aller zulässigen Ergebnisse jedes Laboratoriums auf Übereinstimmung mit einem neuen Wert R_2 anstelle von R nach Formel (8) zu beurteilen:

$$R_2 = \sqrt{R^2 - r^2 \left(1 - \frac{1}{2k_1} - \frac{1}{2k_2}\right)} \quad (8)$$

Dabei ist

R die Vergleichbarkeit des Prüfverfahrens;

r die Wiederholbarkeit des Prüfverfahrens;

k_1 die Anzahl der Ergebnisse des Laboratoriums 1;

k_2 die Anzahl der Ergebnisse des Laboratoriums 2.

Ist die Differenz zwischen den Mittelwerten kleiner oder gleich R_2 , dann sind diese Mittelwerte zulässig, und der Gesamtmittelwert ist dann als der Schätzwert für das untersuchte Merkmal anzusehen. Wenn die Differenz zwischen den Mittelwerten größer als R_2 ist und ein Schiedsfall hinsichtlich der Übereinstimmung des untersuchten Merkmals mit der Spezifikation besteht, muss das Verfahren nach Abschnitt 7 angewendet werden.

Wenn Umstände eintreten, in denen mehr als zwei Laboratorien jeweils ein oder mehr gültige Ergebnisse liefern, muss die Differenz zwischen dem am stärksten abweichenden Mittelwert eines Laboratoriums und dem Mittelwert aus den Mittelwerten der übrigen N Laboratorien gebildet und mit R_3 verglichen werden.

Dabei ist

$$R_3 = \sqrt{\frac{R_1^2}{2} + \frac{R_4^2}{2N}} \quad (9)$$

$$R_4 = \sqrt{R^2 - \frac{r^2}{N} \left(N - \frac{1}{k_1} - \frac{1}{k_2} - \dots - \frac{1}{k_N}\right)} \quad (10)$$

R_1 ergibt sich aus Formel (3) und bezieht sich auf den am stärksten abweichenden Mittelwert des Laboratoriums.

Wenn die absolute Differenz kleiner oder gleich R_3 ist, sind alle Werte als gültig und ihr Mittelwert als der Schätzwert für das untersuchte Merkmal anzusehen.

Wenn die Differenz größer als R_3 ist, wird der am stärksten abweichende Laboratoriumsmittelwert verworfen und die Vergleichsrechnung mit den Formeln (9) und (10) so oft wiederholt, bis eine zulässige Reihe von Laboratoriumsmittelwerten erhalten wird. Der Mittelwert dieser Laboratoriumsmittelwerte ist dann als der Schätzwert für das untersuchte Merkmal anzusehen. Wenn jedoch zwei oder mehr Laboratoriumsmittelwerte von einer Gesamtanzahl von nicht mehr als 20 Laboratorien verworfen wurden, so sind Arbeitsverfahren und Prüfgerät zu überprüfen, und es ist, wenn möglich, eine neue Reihe von Prüfungen durchzuführen.

4.3.2 Berechnung der Vertrauensgrenzen anhand von unter Vergleichbarkeitsbedingungen r und R gesammelten Ergebnissen

Wenn N Laboratorien jeweils ein oder mehrere Ergebnis(se) unter Wiederhol- und Vergleichbarkeitsbedingungen ermitteln und daraus ein Mittelwert der Laboratoriumsmittelwerte $\bar{X}$ errechnet wird, liegt der wahre Wert μ mit 95 % Vertrauensniveau innerhalb folgender Grenzen:

$$\bar{X} - 0,707 \frac{R_4}{\sqrt{N}} \leq \mu \leq \bar{X} + 0,707 \frac{R_4}{\sqrt{N}} \quad (11)$$

Ähnlich ergibt sich für eine einseitige Grenzsituation, wenn nur ein (oberer oder unterer) Grenzwert festgelegt ist, dass der wahre Wert μ des Merkmals mit 95 % Vertrauensniveau innerhalb folgender Grenzen liegt:

$$\mu \leq \left(\bar{X} + 0,59 \frac{R_4}{\sqrt{N}} \right) \quad (\text{oberer Grenzwert}) \quad (12a)$$

oder

$$\mu \geq \left(\bar{X} - 0,59 \frac{R_4}{\sqrt{N}} \right) \quad (\text{unterer Grenzwert}) \quad (12b)$$

Diese Formeln ermöglichen es auch einem einzelnen Laboratorium ($N=1$), das Vertrauensniveau zu bestimmen, das einem Mittelwert von Ergebnissen im Vergleich mit dem wahren Wert zugeordnet werden kann.

4.4 Verwendung der Vergleichbarkeit zur Bestimmung der systematischen Abweichung zwischen zwei unterschiedlichen Prüfverfahren für die Messung desselben Merkmals

4.4.1 Allgemeines

Vergleichbarkeit R ist einsetzbar für die Feststellung, ob die Korrektur der systematischen Abweichung die Übereinstimmung zwischen zwei unterschiedlichen Prüfverfahren für die Messung desselben Merkmals eines einzelnen Materials/Merkmalniveaus statistisch verbessern kann.

Für den Fall, dass zwei unterschiedliche Prüfverfahren für die Messung desselben Merkmals verwendet werden, darf die jeweilige Vergleichbarkeit der Prüfverfahren (R) in Zusammenhang mit den von mehreren Laboratorien für das im Wesentlichen gleiche Material erhaltenen Mittelwerten verwendet werden, um festzustellen, ob eine Korrektur der systematischen Abweichung angewendet werden kann, um die Übereinstimmung zwischen den beiden Prüfverfahren für das jeweilige Material statistisch zu verbessern. Auf diese Weise können z. B. Prüfergebnisse, die durch Eignungsprüfungsprogramme (PTP) für unterschiedliche Prüfverfahren für die gleiche Probe gesammelt wurden, ausgewertet werden.

Die Erörterung der Methodik für diese Art Beurteilung zur gleichzeitigen Auswertung mehrerer Materialien/Merkmalniveaus, welche die sich überschneidenden Anwendungsbereiche zweier unterschiedlicher Prüfverfahren abdeckt, fällt nicht in den Anwendungsbereich dieses Dokuments. Interessierten Lesern wird empfohlen, ASTM D 6708^[2] für eine detaillierte Darstellung des Themas heranzuziehen. Anhang D enthält einen kurzen Überblick über die allgemeine statistische Vorgehensweise in vorstehend erwähnter Situation.

4.4.2 Prozess

Es wird angenommen, das sowohl Prüfverfahren 1 als auch Prüfverfahren 2 für die Messung von Merkmal A vorgesehen sind.

Dabei ist

- Y_1 der Mittelwert der mit Prüfverfahren 1 für L_1 erzielten Prüfergebnisse für Merkmal A eines Materials, wobei jedes Prüfergebnis ein unter Vergleichbarkeitsbedingungen erzieltetes Einzelergebnis ist;
- L_{m1} die Gesamtanzahl der Laboratorien (Prüfergebnisse) bei Prüfverfahren 1;
- R_{m1} die Vergleichbarkeit von Prüfverfahren 1;
- Y_2 der Mittelwert der mit Prüfverfahren 2 für L_2 erzielten Prüfergebnisse für Merkmal A desselben Materials, das mit Prüfverfahren 1 untersucht wurde, wobei jedes Prüfergebnis ein unter Vergleichbarkeitsbedingungen erzieltetes Einzelergebnis ist;
- L_{m2} die Gesamtanzahl der Laboratorien (Prüfergebnisse) bei Prüfverfahren 2;
- R_{m2} die Vergleichbarkeit von Prüfverfahren 2;

Folgendes wird statistisch berechnet:

$$Z = \frac{|Y_1 - Y_2|}{\sqrt{\frac{R_{m1}^2}{7,683L_1} + \frac{R_{m2}^2}{7,683L_2}}} \quad (13)$$

Wenn $Z > 2$, sollte daraus mit einem Vertrauensniveau von 95 % geschlossen werden, dass eine durchgehende Korrektur der systematischen Abweichung das Maß der Übereinstimmung zwischen Prüfverfahren 1 und Prüfverfahren 2 für Merkmal A dieses Materials statistisch verbessert.

5 Anforderungen/Spezifikationen

5.1 Zweck von Spezifikationen

Der Zweck von Spezifikationen ist es, (eine) Grenze(n) für den wahren Wert (μ) eines mit einem festgelegten Prüfverfahren bestimmten Merkmals festzulegen. In der Praxis kann dieser wahre Wert jedoch niemals genau erfasst werden, da die durch Anwendung des festgelegten Prüfverfahrens in einem Laboratorium oder mehreren Laboratorien erzielten Prüfergebnisse innerhalb der durch die Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit festgelegten Grenzen streuen können. Es besteht deshalb für ein untersuchtes Merkmal stets eine gewisse Unsicherheit hinsichtlich des wahren Wertes, der anhand einer begrenzten Anzahl von Prüfergebnissen bestimmt wurde.

Spezifikationen für Mineralölerzeugnisse werden nach den Vorgaben der Abschnitte 6 und 7 überprüft. Nach vorheriger Vereinbarung dürfen Lieferant und Abnehmer die alternativen Verfahren nach Anhang B anwenden.

Es ist wichtig, dass die Präzision des festgelegten Prüfverfahrens für die Bestimmung des dem/den Spezifikationsgrenzwert(en) unterliegenden Merkmals ausreicht, um zuverlässig festzustellen, ob das Erzeugnis den Spezifikationen entspricht oder nicht.

5.2 Erstellung von Spezifikationsgrenzwerten hinsichtlich der Präzision des festgelegten Prüfverfahrens

Spezifikationen befassen sich üblicherweise mit der Festlegung von Grenzwerten für Merkmale. Um hierbei Unsicherheiten zu vermeiden, werden solche Grenzwerte gewöhnlich in der Art „nicht kleiner als“ oder „nicht größer als“ festgesetzt. Hierbei gibt es zwei Arten von Grenzwerten:

- eine zweiseitige Grenze, obere und untere, z. B. Viskosität: nicht kleiner als $5 \text{ mm}^2/\text{s}$ und nicht größer als $16 \text{ mm}^2/\text{s}$; Siedebereich: $100 \text{ °C} \pm 0,5 \text{ °C}$;
- eine einseitige Grenze, obere oder untere, z. B. Wassergehalt: nicht höher als 2 %, Schwefelgehalt: nicht höher als 10 mg/kg; Löslichkeit von Bitumen: nicht weniger als 99 %.

Die einseitige Grenzsituation ist von Bedeutung, wenn, wie in den meisten Fällen, ein zusätzlicher implizierter Grenzwert existiert, der die einseitige Grenzsituation effektiv in eine zweiseitige überführt. Dies wird auch in den vorstehenden Beispielen deutlich, in denen zusätzlich die Grenzen 0 %, 0 mg/kg bzw. 100 % vorhanden sind. In Fällen einer wahren einseitigen Grenzsituation, z. B. Flammpunkte nicht niedriger als 60 °C , gelten die folgenden Ausführungen nicht. In den Abschnitten 5 bis 7 bezeichnet A_1 die obere Grenze und A_2 die untere Grenze.

Die in einer Spezifikation verwendeten Grenzwerte müssen stets die Vergleichbarkeit des angewendeten Prüfverfahrens wie folgt berücksichtigen:

- bei einem festgelegten Bereich mit einem oberen und einem unteren Grenzwert (A_1 und A_2) (genannt oder implizit) darf dieser nicht weniger als das 4fache der Vergleichbarkeit R betragen, d. h. $(A_1 - A_2) \geq 4R$;
- bei einem einzelnen Grenzwert (A_1 oder A_2) darf der festgelegte Grenzwert um nicht mehr als das 2fache der Vergleichbarkeit R kleiner sein als der implizite Grenzwert, d. h., wenn der obere Grenzwert 100 % ist, dann ist $(100 - A_1) \geq 2R$, oder wenn der untere Grenzwert Null ist, dann ist $A_2 \geq 2R$.

Die Anforderungen dieser Internationalen Norm sind anwendbar auf Spezifikationen, die in Übereinstimmung mit diesen Grundsätzen aufgestellt wurden.

In Fällen, in denen aus praktischen Gründen der Wert von $(A_1 - A_2)$ geringer als $4R$ ist, sind die erhaltenen Ergebnisse von zweifelhafter Signifikanz bei der Feststellung, ob eine Probe den Anforderungen der Spezifikation entspricht. Nach statistischen Überlegungen sind für $(A_1 - A_2)$ erheblich höhere Werte als $4R$ wünschenswert. Wenn dies nicht möglich ist, so muss mindestens eines der beiden folgenden Verfahren angewendet werden:

- a) die Grenzwerte der Spezifikation müssen im Hinblick darauf geprüft werden, ob sie so erweitert werden können, dass sie mit der Präzision des Prüfverfahrens in Einklang stehen;
- b) das Prüfverfahren ist hinsichtlich einer Verbesserung der Präzision zu untersuchen, oder es ist ein anderes Prüfverfahren mit einer besseren Präzision, passend zu den gewünschten Grenzwerten der Spezifikation, einzusetzen.

Als eine Konsequenz der vorstehend genannten Einschränkungen für die Grenzwerte der Spezifikation wird empfohlen, dass der untere Grenzwert des Anwendungsbereichs von Prüfverfahren für Mineralöl-erzeugnisse ein Wert $\geq [2R + \text{das niedrigste erreichbare Prüfergebnis}]$ ist, und der obere Grenzwert des Anwendungsbereichs ein Wert $\leq [\text{das höchste erreichbare Prüfergebnis} - 2R]$ ist.

6 Qualitätsprüfung auf Übereinstimmung mit Spezifikationen

6.1 Allgemeines

6.1.1 Abschnitt 6 enthält allgemeine Angaben, um es dem Lieferanten oder dem Abnehmer zu ermöglichen, die Qualität eines Erzeugnisses im Hinblick auf Spezifikationen auf der Grundlage eines vom Lieferanten oder Abnehmer erzielten Einzelergebnisses zu beurteilen. Liegen sowohl die Einzelergebnisse des Lieferanten als auch des Abnehmers vor, ist der wahre Wert nach 4.3 abzuschätzen. Sollte der Abnehmer entscheiden, die Übereinstimmung der Qualität mit der Spezifikation nach der Überprüfung seines Einzelergebnisses oder des Schätzwertes nach 4.3 anzufechten, muss das Verfahren nach Abschnitt 7 angewendet werden.

Als Voraussetzung für die Zulässigkeit der Prüfergebnisse von Laboratorien für die Verwendung in 6.2, 6.3, Abschnitt 7 und Anhang B müssen die Bedingungen nach 6.1.2 bis 6.1.4 erfüllt sein.

6.1.2 Jedes Laboratoriumsprüfergebnis muss mit einem Prüfverfahren unter statistischer Prozesslenkung erzielt werden, nachgewiesen durch laboreigene Qualitätsregelkarten oder andere gleichwertige statistische Techniken.

ANMERKUNG Zu einer allgemeinen Erörterung zum Thema statistische Prozesslenkung und Qualitätsregelkarten siehe Anhang C.

6.1.3 Die Standardabweichung von den Qualitätsregelkarten (oder gleichwertigen statistischen Techniken) nach 6.1.1, berechnet aus mindestens 30 der aktuellsten Prüfergebnisse, ermittelt über mindestens 15 Tage bei höchstens 2 Prüfergebnissen je Tag in einem Zeitabstand von mindestens 6 Stunden, darf die Standardabweichung des veröffentlichten Prüfverfahrens ($R / 2,77$) nicht überschreiten.

Wird anhand der veröffentlichten Prüfergebnisse mehrerer PTP nachgewiesen, dass der Wert R eines veröffentlichten Prüfverfahrens statistisch nicht mit dem erzielten Wert für R übereinstimmt, darf letzterer Wert statt des veröffentlichten Wertes R für die Beurteilung der Übereinstimmung mit diesem Abschnitt verwendet werden, sofern sämtliche der folgenden Bedingungen erfüllt sind:

- sofern gesetzlich zulässig;
- nach gemeinsamer Vereinbarung zwischen betroffenen Parteien im Schiedsfall; und
- bei Schätzung der Präzision mit mindestens 30 Freiheitsgraden (siehe ISO 4259-1, B.2).

6.1.4 Jedes Laboratorium muss anhand der Ergebnisse aus der Teilnahme an (einem) Eignungsprüfungsprogramm(en), sofern verfügbar, eine durchgehende Eignung der Prüfung und die Abwesenheit systematischer Abweichungen im Verhältnis zu den PTP-Mittelwerten für das/die jeweiligen Prüfverfahren nachweisen können. Ist keine geeignete PTP verfügbar, muss die Eignung durch Prüfung von anerkannten Referenzmaterialien (CRM, en: Certified Reference Materials) und laboreigene Qualitätsregelkarten für die Proben der Qualitätslenkung (QC, en: quality control) oder durch andere Verfahrensvalidierungstechniken nachgewiesen werden, die für beide Parteien annehmbar sind.

6.2 Prüfgrenzwerte beim Lieferanten

Hat ein Lieferant hinsichtlich des wahren Wertes einer Eigenschaft keine weiteren Unterlagen als ein einzelnes Ergebnis, darf er nur dann annehmen, dass das Erzeugnis dem Grenzwert der Spezifikation auf einem Vertrauensniveau von 95 % entspricht, wenn das Ergebnis X folgende Bedingungen erfüllt:

- im Fall eines einzelnen oberen Grenzwertes A_1 :

$$X \leq A_1 - 0,59R \quad (14)$$

- im Fall eines einzelnen unteren Grenzwertes A_2 :

$$X \geq A_2 + 0,59R \quad (15)$$

- im Fall eines zweiseitigen Grenzwertes (A_1 und A_2) sind beide Bedingungen erfüllt (siehe 6.3.3).

Die unter Verwendung der Formeln (14) und (15) berechneten 95 %-Vertrauensgrenzen sind als Leitlinie für den Lieferanten gedacht und nicht als Verpflichtung auszulegen. Ein gemeldetes Prüfergebnis, das zwischen dem Grenzwert der Spezifikation und dem anhand der Formeln (14) und (15) berechneten Grenzwert liegt, ist kein direkter Nachweis für eine Grenzwertverletzung, aber ein Hinweis darauf, dass das Vertrauensniveau für die Übereinstimmung des Erzeugnisses mit den Spezifikationsgrenzwerten weniger als 95 % beträgt. Entspricht das Prüfergebnis genau dem Grenzwert der Spezifikation, beträgt die Wahrscheinlichkeit, dass das Ergebnis einer Wiederholungsprüfung der Spezifikation entweder des Lieferanten oder des Abnehmers entspricht, 50 %. Eine direkte Folge der Freigabe eines Erzeugnisses mit einem niedrigen Vertrauensniveau ist die hohe Wahrscheinlichkeit, dass der Abnehmer ein von der Spezifikation abweichendes Prüfergebnis erzielt.

Der Lieferant darf das Erzeugnis nur freigeben, wenn das zugehörige Prüfergebnis der Spezifikation entspricht oder sofern mit dem Abnehmer vereinbart.

Erzielt der Lieferant mehrere Prüfergebnisse unter Wiederholbedingungen, muss er den Mittelwert der zulässigen Prüfergebnisse und R_1 , bestimmt nach 4.2.2, als Grundlage für die Bestimmung der Übereinstimmung mit der Spezifikation verwenden.

Im Schiedsfall mit dem Abnehmer sind die Verfahrensweisen nach Abschnitt 7 zu befolgen.

6.3 Prüfgrenzwerte beim Abnehmer

6.3.1 Einzelne Charge des Erzeugnisses

Hat ein Abnehmer hinsichtlich des wahren Wertes einer Eigenschaft keine weiteren Unterlagen als ein einzelnes Ergebnis, darf er nur dann annehmen, dass das Erzeugnis der Spezifikation auf einem Vertrauensniveau von 95 % nicht entspricht, wenn das Ergebnis X folgende Bedingungen erfüllt:

- im Fall eines einzelnen oberen Grenzwertes A_1 :

$$X > A_1 + 0,59R \quad (16)$$

- im Fall eines einzelnen unteren Grenzwertes A_2 :

$$X < A_2 - 0,59R \quad (17)$$

- im Fall eines zweiseitigen Grenzwertes (A_1 und A_2) gelten beide Bedingungen.