

DIN EN ISO 4259-3



ICS 75.080

Einsprüche bis 2019-01-16

Entwurf

**Mineralölerzeugnisse –
Präzision von Messverfahren und Ergebnissen –
Teil 3: Monitoring und Management der Präzisionsdaten in Bezug auf
Prüfverfahren (ISO/DIS 4259-3:2018);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 4259-3:2018**

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/DIS 4259-3:2018);

German and English version prEN ISO 4259-3:2018

Produits pétroliers –

Fidélité des méthodes de mesure et des résultats –

Partie 3: Surveillance et gestion des données de fidélité en relation avec les méthodes d'essai (ISO/DIS 4259-3:2018);

Version allemande et anglaise prEN ISO 4259-3:2018

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2018-11-16 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

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

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe 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.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe abgerufen werden;
- oder in Papierform an den Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP, 22205 Hamburg, Postfach 60 05 49, 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.

Gesamtumfang 33 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 4259-3:2018) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 28 „Mineralölerzeugnisse und verwandte Produkte, Kraft-, Brenn- und Schmierstoffe mit natürlichem oder synthetischem Ursprung“ 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.

Für die deutsche Mitarbeit ist der Arbeitsausschuss NA 062-06-16 AA „Präzision von Prüfverfahren“ im DIN-Normenausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) verantwortlich.

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

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

ISO 4259-1	siehe DIN EN ISO 4259-1
ISO 13528:2015	siehe DIN ISO 13528:2018-01
ISO/IEC 17043	siehe DIN EN ISO/IEC 17043

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 4259-1, *Mineralölerzeugnisse — Präzision von Messverfahren und Ergebnissen — Teil 1: Bestimmung der Präzisionsdaten von Prüfverfahren*

DIN ISO 13528:2018-01, *Statistische Verfahren für Eignungsprüfungen durch Ringversuche (ISO 13528:2015)*

DIN EN ISO/IEC 17043, *Konformitätsbewertung — Allgemeine Anforderungen an Eignungsprüfungen*

Mineralölerzeugnisse — Präzision von Messverfahren und Ergebnissen — Teil 3: Monitoring und Management der Präzisionsdaten in Bezug auf Prüfverfahren (ISO/DIS 4259-3:2018)

Produits pétroliers — Fidélité des méthodes de mesure et des résultats — Partie 3 : Surveillance et gestion des données de fidélité en relation avec les méthodes d'essai (ISO/DIS 4259-3:2018)

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/DIS 4259-3:2018)

ICS:

Deskriptoren:

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

STD Version 2.9d

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Anforderungen an das Eignungsprüfungsprogramm	7
4.1 Allgemeines	7
4.1.1 Anbieter des Eignungsprüfungsprogramms	7
4.1.2 PT-Homogenität und -Stabilität von Eignungsprüfgegenständen	7
4.1.3 Anforderung an PT-Daten und -Statistiken	7
5 Vergleich der erzielten PT-Präzision mit der veröffentlichten Präzision	8
5.1 Allgemeines	8
5.2 Durchführung einer F-Prüfung zum Varianz-Verhältnis	8
5.2.1 Erstellung des Varianz-Verhältnisses für die Verwendung in der F-Prüfung	9
5.2.2 Vergleich des zu prüfenden Varianz-Verhältnisses mit einem kritischen Wert F_{crit_025}	10
Anhang A (informativ) Berechnungsbeispiele der F-Prüfung	12
Anhang B (informativ) Verwendung von z-Werten zur Überwachung der PT-Leistung eines einzelnen Teilnehmers	13
Literaturhinweise	16

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 4259-3:2018) 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.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 4259-3:2018 wurde von CEN als prEN ISO 4259-3:2018 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (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 Themen 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.

Eine Erläuterung zum freiwilligen Charakter von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 28, *Petroleum products and related products of synthetic or biological origin* erarbeitet.

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

Ein vierter Teil mit dem Titel „*Use of Statistical Control Charts to validate 'in-statistical-control' status for the execution of a standard test method in a single laboratory*“ wird durch das ISO/TC 28/WG 2 erarbeitet.

Einleitung

Für die Qualitätskontrolle und zur Überprüfung der Übereinstimmung mit Spezifikationen werden die Eigenschaften von handelsüblichen Mineralölerzeugnissen nach Standard-Laborprüfverfahren beurteilt. Zwei oder mehr Messungen derselben Eigenschaft einer vorgegebenen Probe mit einem bestimmten Prüfverfahren oder die Messung derselben Eigenschaft mit unterschiedlichen Prüfverfahren werden gewöhnlich nicht genau dasselbe Ergebnis liefern. Es ist daher notwendig, diesem Sachverhalt durch die auf statistischer Grundlage beruhende Abschätzung der Präzision eines Prüfverfahrens, d. h. durch ein objektiv zu erwartendes Maß der Übereinstimmung zwischen zwei oder mehr unter festgelegten Umständen erzielten Ergebnissen Rechnung zu tragen.

ISO 4259-1 legt die Methodik fest für die Auslegung, Durchführung und Datenverarbeitung einer Momentaufnahme einer statistischen Untersuchung, um eine Abschätzung von Präzisionsdaten zu erreichen, die von Prüflaboren durch Zufallsstichprobenahme erzielt wurden. Diese auf einer Momentaufnahme beruhende Abschätzung wird im Standardprüfverfahren als die erwartete Präzision veröffentlicht.

Dieses Dokument legt die Methodik für die Anwendung von Eignungsprüfprogrammen (PT, en: proficiency testing) fest (wie nach ISO 4259-2), um die Hypothese zu prüfen, dass die von den Prüflaboren im Eignungsprogramm erreichte Präzision mit der veröffentlichten Präzision, die durch die nachstehend beschriebene Untersuchung nach ISO 4259-1 erzielt wurde, statistisch übereinstimmt.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt die Methodik fest für das regelmäßige Monitoring der durch Prüfverfahren erreichten Präzision im Vergleich zu der nach Standardprüfverfahren veröffentlichten Präzision, unter Verwendung von Eignungsprüfungsprogrammen, die von den regelmäßigen Anwendern der Standardprüfverfahren unterstützt werden.

Die Verfahren nach dieser Internationalen Norm sind speziell für Eignungsprüfungen ausgelegt, die in Bezug auf Standardprüfverfahren für Mineralölerzeugnisse und verwandte Produkte durchgeführt werden, die im Allgemeinen als homogene Produkte angesehen werden und bei denen die Daten annähernd normal verteilt sind.

Die Verfahren in diesem Dokument wurden speziell ausgelegt für Standardprüfverfahren mit einer veröffentlichten Vergleichbarkeit, die nach ISO 4259-1 oder Gleichwertigem (wie ASTM D6300 [1]) für Mineralölerzeugnisse und verwandte Erzeugnisse, die üblicherweise als homogen angesehen werden, abgeleitet wurde.

Dieses Dokument legt insbesondere die Methodik für den statistischen Vergleich der Standardabweichung, die in Eignungsprüfprogrammen unter Vergleichbarkeitsbedingungen erreicht wurde, mit der veröffentlichten fest.

Der Zweck dieses Vergleichs ist, festzustellen, ob die veröffentlichte Präzision der Vergleichbarkeit repräsentativ ist für die, die übliche Teilnehmer in Eignungsprüfprogrammen erreichen können.

Ein informativer Anhang enthält einen Leitfaden zur Verwendung des zz-Werts der PT zur Überwachung der Leistung eines einzelnen Teilnehmers über die Zeit.

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 13528:2015, *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison*

ISO/IEC 17043, *Conformity assessment — General requirements for proficiency testing*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 4259-1, ISO 13528 und ISO 17043 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: unter <http://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: unter <http://www.electropedia.org/>

3.1

Eignungsprüfung

PT (en: proficiency testing)

Bewertung der Leistung eines Teilnehmers nach zuvor aufgestellten Kriterien durch Vergleiche zwischen Laboratorien

[QUELLE: angepasst nach ISO/IEC 17043]

3.2

Eignungsprüfungsprogramm

PTS (en: proficiency testing scheme)

Programm, das für die regelmäßige Beurteilung 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: Die Häufigkeit derartiger Prüfungen ist vom Ziel des Programms abhängig. Jede Durchführung der Prüfung umfasst die Untersuchung einer einzelnen Charge eines Materials. Materialien unterscheiden sich gewöhnlich von Prüfung zu Prüfung.

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

4 Anforderungen an das Eignungsprüfungsprogramm

4.1 Allgemeines

4.1.1 Anbieter des Eignungsprüfungsprogramms

Der Anbieter des Eignungsprüfungsprogramms sollte die technischen und managementbezogenen Anforderungen nach ISO/IEC 17043 erfüllen.

4.1.2 PT-Homogenität und -Stabilität von Eignungsprüfgegenständen

4.1.2.1 Eigenschaft Stabilität

Diese Norm gilt nur für zu betrachtende Eigenschaften, die bekanntermaßen über die Zeit und den Transport stabil sind.

4.1.2.2 Eigenschaft Homogenität

Die Beurteilung der Eigenschaft Homogenität muss durchgeführt werden, nachdem die Prüfgegenstände für die Eignungsprüfung in ihrer endgültigen Form verpackt wurden und bevor sie an die Teilnehmer verteilt werden. Der entsprechende Leitfaden nach ISO 13528, Anhang B (Homogenität und Stabilität von Prüfgegenständen für die Eignungsprüfung) ist einzusehen und einzuhalten.

4.1.3 Anforderung an PT-Daten und -Statistiken

Das Vergleichsverfahren in diesem Dokument ist für PT-Daten und -Statistiken vorgesehen, die die folgende Anforderung erfüllen:

Anforderung an PT-Daten:

- 1) Daten werden mit einem üblichen Standardprüfverfahren mit einer veröffentlichten Vergleichbarkeit, die in Übereinstimmung mit ISO 4259-1 oder Gleichwertigem erzielt wurde, ermittelt;
- 2) die Daten sind vollständig numerisch (d. h. sie enthalten keine zensierten Ergebnisse wie $< xxx$ oder $> xxx$);
- 3) jeder Teilnehmer berichtet ausschließlich ein einzelnes Ergebnis (d. h. keine Wiederholung);

Anforderung an PT-Statistiken:

Die Bereitstellung der folgenden statistischen Daten ist als Teil des Berichts des Eignungsprüfprogramms für jeden Durchgang erforderlich:

- a) PT-Statistiken (mittlere und Standardabweichung) müssen auf mindestens 10 Ergebnissen beruhen, wobei 16 nachdrücklich empfohlen werden mit mindestens sechs eindeutig unterschiedlichen Werten, nachdem die Ausreißer in Übereinstimmung mit der in ISO 4259-1 beschriebenen GESD-Technik oder einem gleichwertigen Verfahren verworfen wurden;
- b) die Datenverteilung ist annähernd normal, wie bei der Beurteilung durch ein allgemein anerkanntes statistisches Verfahren wie Anderson-Darling (AD) oder Shapiro-Wilk bei dem Signifikanzniveau 0,01;

ANMERKUNG PT-Daten, die aufgrund des Rundens unzureichend aufgelöst sind, können die Statistik der Normalitätsbeurteilung künstlich erhöhen.

- c) für die Berechnung der PT-Standardabweichung wird das Effektivwert-Verfahren angewendet;
- d) z-Werte wie nach ISO 13528 (9.4 „z-Scores“).

5 Vergleich der erzielten PT-Präzision mit der veröffentlichten Präzision

5.1 Allgemeines

Der Vergleich der erzielten PT-Präzision mit der veröffentlichten Präzision wird durch einen formellen Hypothesentest durchgeführt.

Die zu betrachtende Präzision ist die Standardabweichung unter Vergleichbarkeitsbedingungen, wie nach ISO 4259-1 festgelegt.

Die Nullhypothese (H_0), die gegenüber der Alternativhypothese (H_1) zu überprüfen ist, wird wie folgt umrissen:

H_0 : die Standardabweichung unter Vergleichbarkeitsbedingungen, die im PT-Durchgang (S_{R_PT}) erzielt wurde, weicht nicht von der veröffentlichten (S_{R_pub}) ab.

H_1 : S_{R_PT} weicht von S_{R_pub} ab.

Der anzuwendende statistische Test ist die F-Prüfung zum Varianz-Verhältnis.

5.2 Durchführung einer F-Prüfung zum Varianz-Verhältnis

ANMERKUNG Für die in diesem Abschnitt beschriebenen Berechnungsbeispiele für die Erstellung des Varianz-Verhältnisses und die F-Prüfung siehe Anhang A.