

DIN EN ISO 4259-4



ICS 75.080

Einsprüche bis 2021-03-08

Entwurf

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

Petroleum and related products –

Precision of measurement methods and results –

Part 4: Use of Statistical Control Charts to validate 'in-statistical-control' status for the execution of a standard test method in a single laboratory (ISO/DIS 4259-4:2021);

German and English version prEN ISO 4259-4:2021

Produits pétroliers et connexes –

Fidélité des méthodes de mesure et de leurs résultats –

Partie 4: Utiliser de Cartes de Contrôle Statistique pour valider l'état 'sous contrôle statistique' pour l'exécution d'une méthode d'essai normalisée dans un seul laboratoire (ISO/DIS 4259-4:2021);

Version allemande et anglaise prEN ISO 4259-4:2021

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2021-01-08 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 möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe 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 oder 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 82 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 4259-4:2021) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 28 „Petroleum and related products, fuels and lubricants from natural or synthetic sources“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte aus Erdöl und mit biologischem oder synthetischem Ursprung“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitskreis NA 062-06-16 AA „Präzision von Prüfverfahren“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

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

ISO 4259-1:2017	siehe	DIN EN ISO 4259-1:2018-04
ISO 4259-2	siehe	DIN EN ISO 4259-2

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

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 4259-1:2018-04, *Mineralölerzeugnisse — Präzision von Messverfahren und Ergebnissen — Teil 1: Bestimmung der Präzisionsdaten von Prüfverfahren (ISO 4259-1:2017); Deutsche Fassung EN ISO 4259-1:2017*

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

<i>Titel de:</i>	Mineralölerzeugnisse — Präzision von Messverfahren und Ergebnissen — Teil 4: Verwendung von Kontrollkarten zur Validierung des Status der statistischen Kontrolle der Durchführung von genormten Prüfverfahren in einem einzelnen Labor (ISO/DIS 4259-4:2021)
<i>Titel en:</i>	Petroleum and related products — Precision of measurement methods and results — Part 4: Use of Statistical Control Charts to validate 'in-statistical-control' status for the execution of a standard test method in a single laboratory (ISO/DIS 4259-4:2021)
<i>Titel fr:</i>	Produits pétroliers et connexes — Fidélité des méthodes de mesure et de leurs résultats — Partie 4: Utilisation de Cartes de Contrôle Statistique pour valider l'état 'sous contrôle statistique' pour l'exécution d'une méthode d'essai normalisée dans un seul laboratoire (ISO/DIS 4259-4:2021)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
3.1 Spezifische Begriffe	7
3.2 Variablen und Abkürzungen	7
4 Statistische Prozesslenkung bei der Durchführung eines Normprüfverfahrens durch ein Labor	8
4.1 Allgemeines	8
4.2 Beschreibung der Qualitätsregelkarten	9
4.2.1 Allgemeines	9
4.2.2 I- und MR-Karten	9
4.2.3 Strategie zur Verbesserung der Empfindlichkeit der I-Karte	10
4.2.4 Bedingungen für den Ablauf unter statistischer Prozesslenkung	11
4.3 Qualitätsregelkarten-Arbeitsprozess	11
4.3.1 Allgemeines	11
4.3.2 Phase 1 des Qualitätsregelkarten-Arbeitsprozesses	12
4.3.3 Phase 2 des Qualitätsregelkarten-Arbeitsprozesses	14
4.4 Übergangsverfahren bei Änderung der QC-Materialcharge	17
4.4.1 Allgemeines	17
4.4.2 Verfahren 1, Parallelprüfung	17
4.4.3 Verfahren 2, Q-Karte	17
4.4.4 Verfahren 3, dynamisch aktualisierte I-Karte mit EWMA	18
5 Hinweise für den Fall, dass die Schwankung nicht ausreicht oder die Daten nicht normalverteilt sind	18
5.1 Allgemeine Anforderung	18
5.2 Vorgehensweise für den Fall, dass die Schwankung nicht ausreicht oder die Daten nicht normalverteilt sind	19
5.2.1 Nicht ausreichende Schwankung	19
5.2.2 Nicht normalverteilte Daten	20
Anhang A (informativ) Einzelheiten des Qualitätsregelkarten-Arbeitsprozesses	21
A.1 Phase 1 (4.3.2)	21
A.2 Pflege (4.3.3.2)	31
A.2.1 Szenario 1 (4.3.3.2.2)	31
A.2.2 Szenario 2 (4.3.3.2.3)	36
A.3 Übergangsverfahren bei Änderung der QC-Materialcharge (4.4)	37
A.3.1 Verfahren 2, Q-Karte (4.4.3)	37
A.3.2 Verfahren 3, dynamisch aktualisierte I-Karte mit EWMA (4.4.4)	39
Anhang B (normativ) Überprüfungsverfahren	42
Literaturhinweise	44

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 4259-4:2021) 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 4259-4:2021 wurde von CEN als prEN ISO 4259-4:2021 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

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

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

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

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

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

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 28, *Petroleum and related products, fuels and lubricants from natural or synthetic sources* erarbeitet.

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

Einleitung

Unter den aktuellen globalen wirtschaftlichen Rahmenbedingungen ist die „Vertrauenswürdigkeit“ von Messdaten ein entscheidender Wirtschaftsfaktor und etwas, das Kunden und Behörden implizit erwarten. Vertrauenswürdigkeit der Daten bedeutet, dass die Datenqualität den Erwartungen entspricht und die Daten „brauchbar“ sind. Vertrauenswürdige Daten lassen sich nur mit Hilfe von Messsystemen erhalten, die erwiesenermaßen stabil sind und nur die Schwankungen infolge gemeinsamer Ursachen (3.2) aufweisen.

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

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

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt den Arbeitsprozess und die Methodik für den Aufbau, den Betrieb und die Pflege von statistischen Qualitätsregelkarten fest, die dazu dienen, zu beurteilen, ob die Durchführung eines genormten Prüfverfahrens durch ein bestimmtes Laboratorium unter statistischer Prozesslenkung erfolgt. Durch Verwendung von statistischen Qualitätsregelkarten und die Befolgung dieses Dokuments wird der Zustand „unter statistischer Prozesslenkung“ festgestellt und validiert.

Dieses Dokument legt „laboreigene Präzisionsbedingungen“ explizit mit Benutzung nur einer Ausrüstung, mehreren Bearbeitern unter über einen langen Zeithorizont fest. Es legt Qualitätsregelkarten fest, die sich am besten für die vom ISO/TC 28 festgelegten Prüfverfahren eignen, bei denen die vorherrschende Schwankung infolge gemeinsamer Ursachen mit den Bedingungen der Ausführung durch mehrere Bearbeiter über lange Zeiträume verbunden ist, wie durch die „laboreigenen Präzisionsbedingungen“ beschrieben. Die für die Feststellung des Zustandes „unter statistischer Prozesslenkung“ festgelegten Qualitätsregelkarten sind: „Einzelwert“ (I, en: Individual), „Gleitende Spannweite von 2“ (en: Moving Range of 2) und entweder der „Exponentiell gewichtete gleitende Mittelwert“ (MR2, en: Exponentially Weighted Moving Average, EWMA) oder „Zonenbasierte Laufregeln“ (en: zone-based run rules; ähnlich den Laufregeln von Western Electric [WE]) als Empfindlichkeitsverbesserungsstrategie zur Unterstützung der I-Karte.

Die in diesem Dokument angegebenen Verfahrensweisen wurden in erster Linie für numerische Ergebnisse entwickelt, die durch Prüfung von Kontrollproben erhalten wurden, die aus einer homogenen Quelle von Mineralölerzeugnissen und verwandten Produkten bezogen und in einer Weise vorbereitet wurden, die die Homogenität der interessierenden Eigenschaften beim Vergleich von Kontrollproben miteinander bewahrt.

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

2 Normative Verweisungen

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

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

ISO 4259-2, *Petroleum and related products — Precision of measurement methods and results — Part 2: Interpretation and application 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.

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

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

3.1 Spezifische Begriffe

3.1.1

gemeinsame Ursache

en: common cause

Faktoren, die zur Schwankung infolge gemeinsamer Ursachen beitragen

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

3.1.2

Schwankung infolge gemeinsamer Ursachen

en: common cause variation

Schwankungen in den unter laboreigenen Präzisionsbedingungen bei der wiederholten Durchführung eines Prüfverfahren am selben Prüfmaterial ermittelten Ergebnissen, die bekannten, unbekannten oder notwendigerweise unbekannten Faktoren zugeordnet werden können, die im Rahmen der normalen und vorschriftsmäßigen Durchführung aller Aspekte des Prüfverfahrens entweder absichtlich nicht geregelt werden oder nicht strikt geregelt werden können

3.1.3

Schwankung infolge besonderer Ursachen

en: special cause variation

Schwankung in einer Größenordnung, die die mit der Schwankung infolge gemeinsamer Ursache verbundene Erwartung überschreitet

3.1.4

„unter statistischer Prozesslenkung“

en: in-statistical-control

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

3.1.5

laboreigene Präzisionsbedingungen

en: site precision conditions

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

3.1.6

Kontrollprobe

en: control sample

QC sample

Probekörper, die einem stabilen und homogenen Material mit einer Zusammensetzung und Eigenschaften entnommen werden, die den vom Labor üblicherweise geprüften Proben ähnlich sind, und die so vorbereitet werden, dass ihre Homogenität in Bezug auf die interessierende Eigenschaft erhalten bleibt, so gelagert werden, dass die interessierenden Eigenschaften erhalten bleiben, und die in ausreichender Menge zur Verfügung stehen, um wiederholte Langzeitprüfungen zu ermöglichen

3.2 Variablen und Abkürzungen

3.2.1

AD

Anderson-Darling

3.2.2

$\overline{MR}_{\text{known}}$

mit der s_{known} verbundener Mittelwert der gleitenden Spannweite

3.2.3

q-q

Quantil-Quantil

3.2.4

s_{known}

statistisch zusammengefasste Standardabweichung, die bei Verwendung der zuletzt erreichten Standardabweichungen aus einer Gruppe von ausgeschiedenen Qualitätsregelkarten erhalten wird, wenn alle zuletzt erreichten Qualitätsregelkartenmittelwerte innerhalb von $1,5 s_{\text{known}}$ liegen

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Spannweite der zuletzt erreichten Qualitätsregelkartenmittelwerte wird als der mit s_{known} verbundene Arbeitsbereich bezeichnet. Siehe das in Tabelle 1 veranschaulichte Konzept.

Tabelle 1 — Konzept der statistisch zusammengefassten Standardabweichung

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

4 Statistische Prozesslenkung bei der Durchführung eines Normprüfverfahrens durch ein Labor

4.1 Allgemeines

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

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

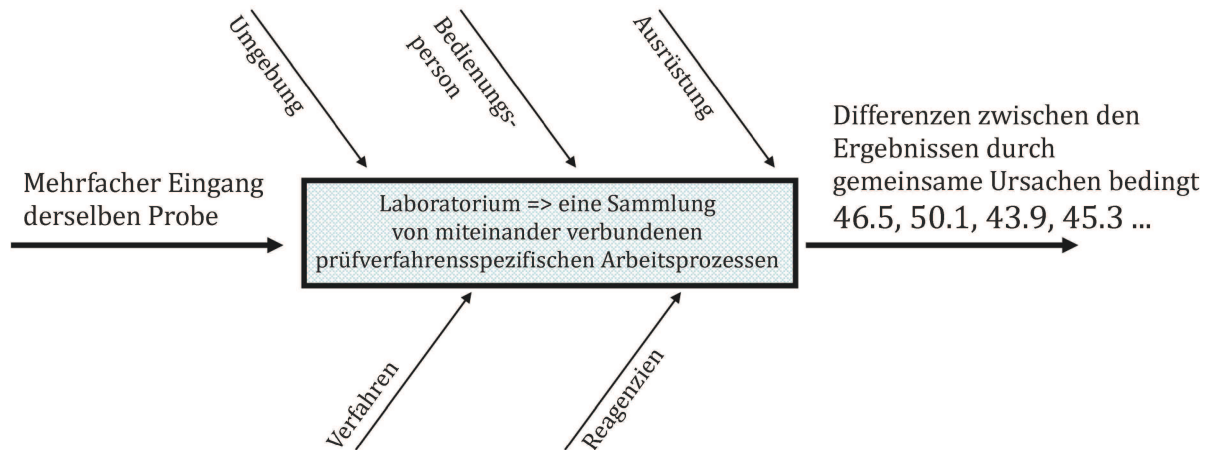


Bild 1 — Darstellung der Schwankung infolge gemeinsamer Ursachen bei der Durchführung eines Prüfverfahrens als Fischgräten-Diagramm

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

Um den Zustand „unter statistischer Prozesslenkung“ festzustellen, ist ein aus mehreren Schritten bestehender und integrierter Arbeitsprozess erforderlich, der die Verwendung von statistischen Qualitätsregelkarten und einem Qualitätskontroll(QC)-Material umfasst.

ANMERKUNG Der Einfachheit halber wird das Adjektiv „statistisch“ im Folgenden weggelassen und im Rest des Dokuments einfach von Qualitätsregelkarten gesprochen.

4.2 Beschreibung der Qualitätsregelkarten

4.2.1 Allgemeines

Die für die meisten der in der Mineralölindustrie üblichen und zu numerischen Ergebnissen führenden Prüfverfahren geeigneten Qualitätsregelkarten sind die Einzelwert-Karte (I-Karte) und die Karte für eine gleitende Spannweite von 2 (MR₂-Karte).

ANMERKUNG 1 Die I-Karte ist auch als X-Karte oder Shewhart-Karte bekannt, so benannt nach ihrem Erfinder Dr. Walter A. Shewhart [2].

ANMERKUNG 2 Der Einfachheit halber wird die MR₂-Karte im Rest des Dokuments durchgehend als Gleitende-Spannweiten-Karte (MR-Karte) bezeichnet.

4.2.2 I- und MR-Karten

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

ANMERKUNG Da das Hauptinteresse ist, die Stabilität und die Schwankung des Prüfprozesses infolge gemeinsamer Ursachen unter laboreigenen Präzisionsbedingungen über einen langen Zeithorizont zu überwachen, trägt eine unter Wiederholbarkeitsbedingungen durchgeführte Wiederholungsanalyse (siehe ISO 4259-1) nicht zu diesem Ziel bei, weil

die interessierende Schwankung infolge gemeinsamer Ursachen in den unter Wiederholbarkeitsbedingungen erhaltenen Ergebnissen nicht enthalten ist.

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

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

4.2.3 Strategie zur Verbesserung der Empfindlichkeit der I-Karte

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

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

1) Strategie 1: Zonenbasierte Laufregeln. Maßnahmen sind erforderlich, wenn eine der folgenden Laufregelbedingungen vorliegt. Zu den Definitionen der Zonen siehe 4.3.2 weiter unten in diesem Dokument. Diese Regeln sind ähnlich den Laufregeln der Western Electric (WE) (en: Western Electric Run Rules, so benannt nach der Firma, die sie erfunden hat [3]):

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

oder

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

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

Der EWMA ist ein „zeitgewichteter gleitender Mittelwert“, der aus allen Datenpunkten bis einschließlich des aktuellsten berechnet wird, wobei die Gewichtung jedes Datums mit dessen Alter exponentiell verringert wird. Die Geschwindigkeit dieser Gewichtungsverringerung wird durch λ bestimmt. Sie wird mit Eintreffen jedes neuen Datums neu berechnet und in Bezug auf ihre eigenen Maßnahmengreifungsgrenzen (im Folgenden als die EWMA-Maßnahmengreifungsgrenzen bezeichnet) beurteilt. Ein EWMA mit $\lambda = 0,4$ hat eine ähnliche Detektionsleistung wie Strategie 1.

ANMERKUNG Die Verbesserungsstrategie der Verwendung des EWMA mit $\lambda = 0,4$ wurde von Dr. J. Stuart Hunter [4] entwickelt.

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

4.2.4 Bedingungen für den Ablauf unter statistischer Prozesslenkung

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

- 1) Alle Kontrollproben-Einzelergebnisse innerhalb der in der I-Karte festgelegten Maßnahmenergreifungsgrenzen liegen,
- 2) weniger als fünf (5) von zwölf (12) aufeinander folgenden MR-Ergebnissen die Maßnahmenergreifungsgrenze der MR-Karte überschreiten, und
- 3) für die gewählte Empfindlichkeitsverbesserung (Strategie 1 oder 2) keine Maßnahmen erforderlich sind.

4.3 Qualitätsregelkarten-Arbeitsprozess

4.3.1 Allgemeines

Für die Feststellung, ob der gesamte mit der Ausführung eines Prüfverfahrens verbundene Prozess „unter statistischer Prozesslenkung“ ist, wird in diesem Dokument ein mehrstufiger Zwei-Phasen-Arbeitsprozess festgelegt, der die Anwendung von Qualitätsregelkarten und die Verwendung von QC-Material umfasst.

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

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

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

4.3.2 Phase 1 des Qualitätsregelkarten-Arbeitsprozesses

Das Hauptziel von Phase 1 ist, anfängliche Mittelwerte und Maßnahmenergreifungsgrenzen für die I- und MR-Qualitätsregelkarten zu ermitteln und die gewählte Verbesserungsstrategie (4.3.2) für eine bestimmte QC-Materialcharge anhand von chronologisch erhaltenen Daten und anhand der Normalverteilung als Bezugsmodell umzusetzen. Die wesentlichen Schritte sind:

- 1) Es sind mehrere Kontrollproben (QC-Proben) aus einem stabilen und homogenen Material mit einer Zusammensetzung und mit Eigenschaften vorzubereiten, die den üblicherweise vom Labor geprüften ähnlich sind.
- 2) Es sind mindestens zwanzig (20) QC-Probenprüfergebnisse unter laboreigenen Präzisionsbedingungen zu erfassen.
- 3) Die Einzelergebnisse sind in chronologischer Reihenfolge aufzutragen (das Ergebnis wird als Laufkarte bezeichnet), und der Graph ist auf visuell erkennbare Transkriptionsfehler zu untersuchen. Offensichtliche Transkriptionsfehler sind zu berichtigen oder zu löschen.
- 4) Es ist ein Quantil-Quantil(q-q)-Graph zu erstellen (wie in Anhang A dargestellt) und die Anderson-Darling(A-D)-Statistik zu berechnen. Dieser Graph ist in Verbindung mit den Daten daraufhin zu untersuchen, ob die Schwankung ausreicht. Für die vorschriftsmäßige Anwendung der in diesem Dokument festgelegten Qualitätsregelkarten sind mindestens 6 eindeutige Werte erforderlich, um für eine ausreichende beobachtbare Schwankung infolge gemeinsamer Ursachen zu sorgen. Falls die Schwankung des Datensatzes nicht ausreicht, schlägt sich das in den folgenden beiden Ergebnissen nieder:
 - a) Der q-q-Graph zeigt mehrere voneinander getrennte horizontale Datenanhäufungen (Cluster), wobei jeder horizontale Cluster numerisch identische Daten darstellt (siehe Abschnitt 5);
 - b) Der A-D-Wert überschreitet das 0,01-Signifikanzniveau von 1,0 mit großem Abstand.

Ist die Gesamtanzahl an eindeutigen Werten kleiner als sechs (6), so ist direkt mit den Hinweisen in Abschnitt 5 fortzufahren.

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

Die ermittelten Ausreißer sind zurückzuweisen, es sind Ersatzergebnisse zu beschaffen, und das Verfahren ist ab Schritt 4) zu wiederholen.

Ogleich dies nicht immer möglich ist, wird empfohlen, die Zurückweisung von Ausreißern durch Angabe entsprechender Ursachen zu begründen.

- 6) Die Brauchbarkeit der Normalverteilung ist anhand der aus mindestens 20 nicht zu den Ausreißern gehörenden Ergebnissen berechneten Anderson-Darling(A-D)-Statistik zu bestätigen.
 - Ist A-D kleiner als 1,0, so ist mit Schritt 7) fortzufahren;
 - falls A-D zwischen 1,0 und 1,5 liegt, ist für Hinweise auf Abschnitt 5 Bezug zu nehmen;
 - falls A-D größer ist als 1,5, darf nicht nach diesem Dokument fortgefahren werden, weil dies ein starker statistischer Beleg dafür ist, dass entweder das System nicht unter statistischer Prozesslenkung arbeitet oder dass die Verteilung der Ergebnisse des Prozesses erheblich von der Normalverteilung abweicht.

- 7) Aus den in Schritt 5) nicht zurückgewiesenen Ergebnissen sind der Mittelwert ($\bar{x}_{\text{stage1}}$) und die Statistik der Standardabweichung (s_{stage1}) zu berechnen.
- 8) Falls $\bar{x}_{\text{stage1}}$ innerhalb des bestehenden und mit einer bekannten Standardabweichung (s_{known}) für diese Art von QC-Material verbundenen Arbeitsbereichs (siehe 4.3.3.2.3) liegt oder der Betrag der durch Addition von $\bar{x}_{\text{stage1}}$ zum bestehenden Arbeitsbereich erfolgen Vergrößerung des Arbeitsbereiches $\leq 1,5 \cdot (s_{\text{known}})$ ist, ist das in Anhang A angegebene Verfahren anzuwenden, um zu beurteilen, ob s_{stage1} statistisch nicht von s_{known} zu unterscheiden ist. Falls bestätigt wurde, dass s_{stage1} statistisch von s_{known} nicht zu unterscheiden ist, sind beide Standardabweichungen (nach Anhang B) zusammenzufassen, und die zusammengefasste Standardabweichung (s_{pool}) ist als die zur Aufstellung der Grenzen in Schritt 9) zu verwendende Standardabweichung s_{chart} zuzuweisen. Falls für diese Art von Material keine s_{known} vorliegt oder der durch Addition von $\bar{x}_{\text{stage1}}$ zum bestehenden Arbeitsbereich für s_{known} } vergrößerte Arbeitsbereich $> 1,5 (s_{\text{known}})$ ist, ist s_{stage1} für Schritt 9) als s_{chart} zu verwenden.
- 9) Die I-Karte für diese QC-Probencharge ist durch Zuweisung von $\bar{x}_{\text{stage1}}$ aus dem oben stehenden Schritt 7) als $\bar{x}_{\text{chart}}$ für diesen Schritt zu erzeugen; danach sind die durch $\bar{x}_{\text{chart}}$ repräsentierte Mittellinie und die beiden durch $\bar{x}_{\text{chart}} \pm 3 s_{\text{chart}}$ repräsentierte Eingriffsgrenzen der im oben stehenden Schritt 3) erzeugten Laufkarte zu unterlegen. Falls die EWMA-Empfindlichkeitsverbesserungsstrategie angewendet wird, ist die EWMA-Linie unter Positionierung der damit verbundenen Eingriffsgrenzen bei $\bar{x}_{\text{chart}} \pm 1,5 s_{\text{chart}}$ ebenfalls auf der Laufkarte aufzutragen.
- 10) Die sich damit auf der I-Karte ergebenden Zonen sind wie folgt zu bezeichnen:
- Zone C: $\bar{x}_{\text{chart}} \pm 1 s_{\text{chart}}$ (ausschließlich);
 - Zone B: $\bar{x}_{\text{chart}} + 1 s_{\text{chart}}$ (einschließlich) bis $2 s_{\text{chart}}$ (ausschließlich); $\bar{x}_{\text{chart}} - 1 s_{\text{chart}}$ (einschließlich) bis $-2 s_{\text{chart}}$ (ausschließlich);
 - Zone A: $\bar{x}_{\text{chart}} + 2 s_{\text{chart}}$ (einschließlich) bis $3 s_{\text{chart}}$ (ausschließlich); $\bar{x}_{\text{chart}} - 2 s_{\text{chart}}$ (einschließlich) bis $-3 s_{\text{chart}}$ (ausschließlich).
- 11) Die MR-Ergebnisse sind unter Verwendung aller nicht zurückgewiesenen Ergebnisse aus Schritt 5) zu berechnen.
- 12) Aus allen MR-Ergebnissen ist der Mittelwert zu berechnen und mit $\overline{MR}_{\text{stage1}}$ zu bezeichnen.
- 13) Wird s_{pool} aus Schritt 8) verwendet, so sind die gewichtete durchschnittliche $\overline{MR}_{\text{wtd}}$, die aus $\overline{MR}_{\text{known}}$, entsprechend s_{known} berechnet wurde, und $\overline{MR}_{\text{stage1}}$ als diejenige $\overline{MR}_{\text{chart}}$ zu verwenden, die für die Erstellung der MR-Karte in Schritt 14) zu verwenden ist. Anderenfalls ist für diese Charge des QC-Materials $\overline{MR}_{\text{stage1}}$ als $\overline{MR}_{\text{chart}}$ zu verwenden.
- 14) Die MR-Karte ist zu erzeugen, indem die durch $\overline{MR}_{\text{chart}}$ dargestellten Linien und die obere Eingriffsgrenze bei $3,27 \times \overline{MR}_{\text{chart}}$ einer Laufkarte unterlegt werden, in der sämtliche der in Schritt 11) berechneten MR-Werte aufgetragen werden.
- 15) Falls alle Bedingungen für den Ablauf unter statistischer Prozesslenkung (4.2.4) eingehalten werden, ist mit Phase 2 fortzufahren. Anderenfalls sind die Ursachen für das Versagen zu untersuchen und zu beheben, und es ist von Schritt 1) an zu wiederholen.

ANMERKUNG Für eine detaillierte Veranschaulichung der Schritte 3) bis 15) von Phase 1 und die dazugehörigen statistischen Verfahren siehe Anhang A und Anhang B.

4.3.3 Phase 2 des Qualitätsregelkarten-Arbeitsprozesses

4.3.3.1 Betrieb

Im Modus *Betrieb* ist das Hauptziel, **abnormale** Ereignisse durch Folgendes zu erkennen:

- die unmittelbare Bewertung eines neuen QC-Probenergebnisses und seines entsprechenden MR-Ergebnisses in Bezug auf die Maßnahmenergreifungsgrenzen der I-Karte bzw. der MR-Karte;
- die unmittelbare Bewertung im Hinblick darauf, ob aufgrund der gewählten Empfindlichkeitsverbesserungsstrategie (1 oder 2) Maßnahmen erforderlich sind.

Wie eine Verletzung der Maßnahmenergreifungsgrenzen der Karten zu interpretieren und welche unmittelbare Reaktion darauf oder auf das Ergebnis „Maßnahmen erforderlich“ der Verbesserungsstrategie 1 oder 2 erforderlich ist, ist im Folgenden aufgeführt:

- Verletzung der Grenze der I-Karte: Einzelergebnis auf oder außerhalb von $\bar{x}_{\text{chart}} \pm 3 s_{\text{chart}}$
 - Interpretation: Es ist ein einzigartiges, plötzliches Ereignis eingetreten, das dazu geführt hat, dass das Prüfergebnis von der Mittellinie um einen Betrag abweicht, der sich durch die üblichen Gründe nicht plausibel erklären lässt;
 - Unmittelbare Reaktion: Erneute Analyse einer neuen QC-Probe, um das einzigartige Ereignis zu bestätigen.
 - Falls die Verletzung anhält, ist der Prozess als nicht unter statistischer Prozesslenkung zu deklarieren. Der Prüfprozess sollte ausgesetzt werden, bis das Problem untersucht und gelöst wurde.
 - Falls sich das Ergebnis der erneuten Analyse wieder in den oben (in 4.3.2 Schritt 10) festgelegten Zonen C oder B befindet, ist der Zustand „nicht unter statistischer Prozesslenkung“ nicht bestätigt. In diesem Fall darf der Prozess nicht als „nicht unter statistischer Prozesslenkung“ deklariert werden. Es ist jedoch sicherzustellen, dass dieses Ereignis vorschriftsmäßig aufgezeichnet wird.
 - Für die Anwendung von Phase 2 b – Pflege:
 - Falls das System als nicht unter statistischer Prozesslenkung deklariert wird, sind sowohl das Anfangsergebnis als auch das Ergebnis der erneuten Analyse auszuschließen.
 - Falls der Zustand „nicht unter statistischer Prozesslenkung“ nicht bestätigt wird, ist das Anfangsergebnis dieses Zustands auszuschließen und nur das Ergebnis der erneuten Analyse zu verwenden, sofern dieses Anfangsergebnis des Zustandes „nicht unter statistischer Prozesslenkung“ die Eingriffsgrenze um einen Betrag $> 0,2 s_{\text{chart}}$ überschreitet. Anderenfalls ist das Ergebnis der erneuten Analyse auszuschließen und nur das Anfangsergebnis des Zustandes „nicht unter statistischer Prozesslenkung“ zu verwenden. Das dient als Absicherung gegen eine unrichtige Zurückweisung von Daten, die in den Bereich der statistischen Unsicherheit von s_{chart} fallen.
- Verletzung der Obergrenze der MR-Karte: eine einzelne MR liegt außerhalb der dafür geltenden Maßnahmenergreifungsgrenze:
 - Interpretation: Es ist zu einer ungewöhnlich großen Abweichung zwischen dem aktuellen und dem vorigen Ergebnis gekommen; ein solches Ereignis ist in der Regel (aber nicht notwendigerweise) mit einer I-Kartenverletzung verbunden.

- Unmittelbare Reaktion: Eine neue QC-Probe durchlaufen lassen, falls dies nicht mit einer I-Kartenverletzung verbunden ist. Die möglichen Ursachen für die sprunghafte Änderung sind zu untersuchen.
- Falls festgestellt wird, dass sie nichts mit der Integrität der QC-Probe oder, falls dies nicht durch eine I-Kartenverletzung verursacht wurde, mit der höheren Fehlalarmrate dieser Statistik zu tun hat, sind 5 oder mehr dieser Ereignisse über die letzten 12 Ereignisse ein angemessener statistischer Beleg dafür, dass sich die Schwankung (Präzision) des Prozesses verschlechtert hat. Es ist ein bedarfsgesteuerter Präzisions(Varianz-)vergleich unter Anwendung des F-Tests (ähnlich dem Präzisionsvergleich im *Pflege*-Modus und bildlich dargestellt in Anhang B) zwischen den 20 jüngsten unter statistischer Prozesslenkung erhaltenen Ergebnissen in Bezug auf die aktuelle Kartenvarianz (s_{chart})² vorzunehmen.

„Maßnahmen erforderlich“ aufgrund der Strategien zur Verbesserung der Empfindlichkeit der I-Karte (entweder 1 oder 2)

- Interpretation: Es ist sehr gut möglich, dass sich die aktuelle Prozessmitte von dem aufgrund von Phase 1 erwarteten Mittelwert ($\bar{x}_{\text{chart}}$) entfernt hat.
- Unmittelbare Reaktion: Es ist zu überprüfen, ob diese Verletzung mit dem Messgerät oder der QC-Probe zu tun hat, und zwar durch Prüfung von zertifizierten Referenzmaterialien (CRM, en: certified reference materials) oder stabilen zurückgehaltenen Gegenständen der Eignungsprüfung (PT, en: proficiency testing) oder zuvor geprüfte Produktionsproben, die bekanntermaßen auf eine Art und Weise gelagert wurden, die die interessierende Eigenschaft während der Lagerung bewahrt. Das erhaltene Ergebnis ist mit dem Erwartungswert zu vergleichen. Für CRM oder PT ist der anerkannte Bezugswert (ARV, en: accepted reference value) als erwarteter Wert zu verwenden. Für die Zurückhaltung einer zuvor geprüften Produktionsprobe ist das vorige Prüfergebnis zu verwenden.
- Falls die Differenz zwischen dem erhaltenen Prüfergebnis und dem erwarteten Wert bei CRM oder zurückgehaltenen PT-Gegenständen größer als $1,5 s_{\text{chart}}$ oder bei zuvor geprüften Produktionsproben größer als $2 s_{\text{chart}}$ ist, muss geschlussfolgert werden, dass dieses „Maßnahmen erforderlich“-Signal wahrscheinlich nicht auf die QC-Probenintegrität zurückzuführen ist. Der Prozess ist als nicht unter statistischer Prozesslenkung zu deklarieren. Der Prüfprozess sollte ausgesetzt werden, bis das Problem untersucht und gelöst wurde. CRM/PT mit einem ARV innerhalb des Arbeitsbereichs von s_{chart} werden bevorzugt, sind aber nicht verbindlich vorgeschrieben.
- Falls die Differenz zwischen dem erhaltenen Prüfergebnis und dem erwarteten Wert bei CRM oder zurückgehaltenen PT-Gegenständen $\leq 1,5 s_{\text{chart}}$ oder bei zuvor geprüften Produktionsproben $\leq 2 s_{\text{chart}}$ ist, muss geschlussfolgert werden, dass die QC-Probenintegrität als verdächtig einzustufen ist. Es ist in Übereinstimmung mit Abschnitt 4.4 über die Änderung der QC-Materialcharge zu einer neuen QC-Lieferung überzugehen.

4.3.3.2 Pflege

4.3.3.2.1 Allgemeines

Im Modus *Pflege* ist das Hauptziel, die Unsicherheiten der für die I-Kartenparameter (Mitte, Eingriffsgrenzen) verwendeten Statistiken durch periodische statistische Bewertung der unter statistischer Prozesslenkung angefallenen Daten zu verringern. Im Folgenden werden zwei Szenarien beschrieben.

4.3.3.2.2 Szenario 1

Es sind mindestens 20 neue unter statistischer Prozesslenkung erhaltene QC-Ergebnisse angefallen, die nicht zur Berechnung der Qualitätsregelkartengrenzen verwendet werden, während sich die Qualitätsregelkarte für dieselbe Kontrollprobencharge im Modus *Betrieb* befindet (d. h. *aktiviert* ist).

Bei diesem Szenario wird die aktuelle Qualitätsregelkarte aktiv mit den für dieselbe QC-Materialcharge erhaltenen Ergebnissen ausgefüllt. Unter der Annahme, dass sowohl der Prüfprozess als auch dieses QC-Material *unverändert bleiben*, stellen die neuen unter statistischer Prozesslenkung angefallenen Daten eine „wiederholte statistische Probenahme“ derselben Ziel-Datengrundgesamtheit dar. Daher dürfen die Mitte und die Eingriffsgrenzen der Qualitätsregelkarte auf einer vorausschauenden Basis unter Verwendung von zuverlässigeren Statistiken erneut berechnet und aktualisiert werden, die anhand eines größeren Datensatzes aus derselben Ziel-Datengrundgesamtheit durch Kombination der neuen unter Prozesslenkung angefallenen Daten mit den zur Aktualisierung der aktuellen Eingriffsgrenzen verwendeten Daten berechnet wurden. Die Kombination von neuen in der oben genannten Weise angefallenen Daten ist eine Bedingung, wenn keine überzeugenden Belege für die Ungültigkeit der „*unverändert geblieben*“-Annahme vorliegen, die durch „statistisch nicht signifikante“ Ergebnisse der folgenden statistischen Prüfungen beim Signifikanzniveau von 0,05 unterstützt werden können:

Zunächst ist der F-Test der Varianz von neuen unter statistischer Prozesslenkung angefallenen Daten im Verhältnis zu der zur Berechnung der aktuellen Eingriffsgrenzen verwendeten Varianz durchzuführen. Falls der F-Test nicht signifikant ist, sind die Varianzen zusammenzufassen, und anschließend ist der *t*-Test des Mittelwertes ($\bar{x}_{\text{new}}$) der neuen angefallenen Daten im Verhältnis zur aktuellen Qualitätsregelkartenmitte ($\bar{x}_{\text{chart}}$) mit Hilfe der zusammengefassten Standardabweichung durchzuführen. Falls der *t*-Test nicht signifikant ist, sind $\bar{x}_{\text{chart}}$, s_{chart} und $\overline{MR}_{\text{chart}}$ unter Verwendung aller unter Prozesslenkung erhaltenen Daten neu zu berechnen. Die Qualitätsregelkartengrenzen sind entsprechend zu aktualisieren.

Falls beide Tests signifikant sind, sind entsprechende Untersuchungen durchzuführen und Korrekturmaßnahmen zu ergreifen. Danach ist der Qualitätsregelkartenprozess erneut zu starten. Falls festgestellt wird, dass die Ursache für das signifikante Ergebnis eines oder beider Tests in der Kontrollprobenintegrität liegt (die sich mit der Zeit geändert oder verschlechtert hat), ist Abschnitt 4.4 zu befolgen. Anderenfalls ist der Qualitätsregelkartenprozess von Schritt 5) in 4.3.2 neu zu starten, und zwar unter Verwendung der neuen angefallenen Daten.

ANMERKUNG Aufgrund der Statistiktheorie gilt die Qualitätsregelkarte, sofern der Prüfprozess unter statistischer Prozesslenkung abgelaufen ist, als weiterhin unter statistischer Prozesslenkung. Der Umkehrschluss ist jedoch nicht immer richtig. Das hat seinen Grund darin, dass die Statistiken, anhand deren Maßnahmenenergriegungsgrenzen für Qualitätsregelkarten berechnet werden, unter Umständen nicht ausreichend leistungsfähig sind, um geringfügige, anhaltende Mittelwertverschiebungen oder kleine Änderungen der Präzision zu detektieren. Eine erneute Berechnung und Aktualisierung der aktuellen Grenzen von aktiven Qualitätsregelkarten ist gerechtfertigt, wenn sowohl der F- als auch der *t*-Test mit zusätzlichen Daten nicht signifikant sind.

Zur Durchführung von F- und *t*-Tests siehe Anhang B.

4.3.3.2.3 Szenario 2

Archivierung der Qualitätsregelkarten und Aktualisierung der s_{known} , des Arbeitsbereiches für s_{known} , des $df_{s_{\text{known}}}$ und der $\overline{MR}_{\text{known}}$

Wird es notwendig, das I-Karten-QC-Material zu verändern, so ist die aktuelle Qualitätsregelkarte wie folgt zurückzuziehen und zu archivieren:

- 1) Vor Archivierung der Qualitätsregelkarte sind der aktuelle Wert $\bar{x}_{\text{chart}}$, die s_{chart} , $\overline{MR}_{\text{chart}}$ und die Gesamtanzahl an zurückgehaltenen Kartenergebnisse (n) als die zuletzt für die betreffende QC-Materialcharge erreichten Werte des Kartenmittelwerts $\bar{x}_{\text{achieved}}$, der Standardabweichung s_{achieved} und von $\overline{MR}_{\text{achieved}}$, n_{achieved} und $df_{s_{\text{achieved}}} = (n_{\text{achieved}} - 1)$ zuzuweisen.

- 2) Falls s_{chart} für diese archivierte Qualitätsregelkarte bei ihrem ersten Einsatz (4.3.2, Schritt 8) durch Zusammenfassung mit einer bestehenden s_{known} erhalten wurde, ist mit den in 2 a) und 2 b) angegebenen Maßnahmen fortzufahren. Anderenfalls ist mit Schritt 3 fortzufahren.
 - a. Aktualisierung der aktuellen s_{known} , $\overline{MR}_{\text{known}}$ durch Ersetzen durch s_{achieved} , $\overline{MR}_{\text{achieved}}$;
 - b. Erhöhung des $df_{s_{\text{known}}}$ durch Addition des $df_{s_{\text{achieved}}}$ zum zuvor bestehenden $df_{s_{\text{known}}}$
- 3) Falls s_{chart} für diese archivierte Qualitätsregelkarte bei ihrem ersten Einsatz (4.3.2, Schritt 8) nicht durch Zusammenfassung mit einer bestehenden s_{known} erhalten wurde, ist s_{achieved} als die s_{known} für das mit der archivierten Qualitätsregelkarte verbundene QC-Material zuzuweisen. Für diese s_{known} sind $\bar{x}_{\text{achieved}}$ und $df_{s_{\text{achieved}}}$ dem Arbeitsbereich und df zuzuweisen.

4.4 Übergangsverfahren bei Änderung der QC-Materialcharge

4.4.1 Allgemeines

Da die Eingriffsgrenzenberechnungen für die I-Karte einen anhand von mindestens 20 unter statistischer Prozesslenkung erhaltenen Ergebnissen ermittelten Mittenwert erfordern und eine neue QC-Materialcharge mit genau gleichen Eigenschaften wie die aktuelle Charge im Allgemeinen nicht zur Verfügung steht – das gilt besonders, wenn das Material unterschiedlichen Produktionsläufen entnommen wird –, ist ein spezielles Übergangsverfahren notwendig, um die unterbrechungsfreie Abdeckung des Prüfprozesses durch die Qualitätsregelkarte sicherzustellen, während der Mittenwert für eine neue QC-Materialcharge ermittelt wird.

In diesem Abschnitt sind drei Verfahren vorgeschrieben. Für den Übergang zu einer neuen QC-Charge darf jedes dieser Verfahren angewendet werden.

Verfahren 2 und Verfahren 3 werden mit Eingang des zweiten Ergebnisses aktiviert. Das erste Ergebnis muss unabhängig validiert werden, entweder durch eine einzige Überlappung mit der vorigen Qualitätsregelkarte nach Verfahren 1 oder ein innerhalb der Spanne des Bezugswertes $\pm 1,5 s$ liegendes CRM-Prüfergebnis, wobei s die aktuelle s_{known} ist. Das CRM muss einen Bezugswert haben, der innerhalb des Arbeitsbereiches der s_{known} liegt.

ANMERKUNG Für Einzelheiten zu den Verfahren 2 und 3 siehe Anhang A.

4.4.2 Verfahren 1, Parallelprüfung

4.4.2.1 Es ist eine neue QC-Probencharge zu entnehmen und vorzubereiten. Obgleich dieser Schritt jederzeit durchgeführt werden darf, muss er abgeschlossen sein, wenn der aktuell verbleibende QC-Materialvorrat nicht mehr als 20 Analysen unterstützen kann.

4.4.2.2 Jedes Mal, wenn eine aktuelle QC-Probe geprüft wird, muss, sofern das Ergebnis (die aktuelle QC-Probe) unter statistischer Prozesslenkung erhalten wurde, sofort ein Ergebnis für das neue Material geprüft und aufgezeichnet werden. Das Ergebnis für das neue Material wird basierend auf dem Ergebnis, dass die aktuelle QC-Probe unter statistischer Prozesslenkung ist, als brauchbar validiert.

4.4.2.3 Wenn mindestens 20 validierte Ergebnisse für die neue Charge in 4.4.2.2 zur Verfügung stehen, sind die in 4.3.2 angegebenen Schritte 7) bis 15) auszuführen.

4.4.3 Verfahren 2, Q-Karte

Die im Folgenden behandelte Q-Karte nimmt auf den in [6] beschriebenen Fall II Bezug, bei dem μ unbekannt und $\sigma = \sigma_0$ ist.

Fall II ist nahezu identisch mit der Situation des Übergangs zu einem neuen QC-Material mit einer über eine Historie der QC-Prüfung von ähnlichem Material (Phase 2 – Qualitätsregelkarte Pflege) ermittelten s_{known} , ausgenommen, dass in diesem Fall $\bar{x}_{\text{new}}$ unbekannt ist.

Um die Q-Karte für den Übergang verwenden zu können, sollte in der in [6] beschriebenen Q-Statistik s_{known} mit einer damit verbundenen $df_{s_{\text{known}}}$ von mindestens 70 als σ_0 verwendet werden.

Die im Moment des Eingangs jedes neuen Ergebnisses berechnete Q_r -Statistik ist die standardnormalverteilte Zufallsvariable Z mit $\mu = 0$ und $\sigma = 1$.

Die Q_r -Statistik hat keine zugehörigen Maßeinheiten und kann in einer standardisierten Qualitätsregelkarte mit festen, vorausschauenden Eingriffsgrenzen aufgetragen werden, die anhand von $\bar{x} = 0$ und $s = 1$ berechnet wurden.

Nach mindestens 20 unter Prozesslenkung erhaltenen Q_r sind die in 4.3.2 angegebenen Schritte 7) bis 15) auszuführen.

4.4.4 Verfahren 3, dynamisch aktualisierte I-Karte mit EWMA

Dabei handelt es sich im Wesentlichen um eine I-Karte und den EWMA (Strategie 2) mit veränderlichen Qualitätsregelkartengrenzen, die mit Eingang jedes neuen Ergebnisses aktualisiert werden. Der Prozesslenkungsstatus des neuen Ergebnisses wird anhand der aus allen vorigen Ergebnissen errechneten Grenzen beurteilt.

Falls das neue Ergebnis unter Prozesslenkung erhalten wurde, werden die Eingriffsgrenzen durch Einbeziehung des neuen Ergebnisses in die Berechnung für die zur Beurteilung des nächsten Ergebnisses zu verwendenden Eingriffsgrenzen aktualisiert. Diese dynamische Aktualisierung dient dazu, der Änderung des mit der Mittenlinie ($\bar{x}$) verbundenen Standardfehlers Rechnung zu tragen, der mit dem Anstieg der Anzahl an zu seiner Berechnung verwendeten Ergebnissen stetig abnimmt. Es ist zu beachten, dass sich die zur Positionierung der Eingriffsgrenzen verwendete s_{known} nicht ändert; was sich ändert, sind nur der numerische Wert von $\bar{x}$ und der Beitrag des damit verbundenen Standardfehlers zur Position der Eingriffsgrenzen.

Das System wird als unter Prozesslenkung stehend deklariert, wenn die folgenden Bedingungen erfüllt sind: 1) das neue QC-Ergebnis liegt innerhalb der unter Verwendung aller vorigen Ergebnisse berechneten Eingriffsgrenzen; 2) das neue Ergebnis und alle vorigen Ergebnisse liegen nach Erfüllung von 1) innerhalb der aktualisierten Eingriffsgrenzen.

Falls irgendein Ergebnis und/oder der EWMA außerhalb der dafür geltenden Grenzen liegt, wird der aktuelle Status des Systems mit „nicht unter statistischer Prozesslenkung“ angegeben. Obgleich dieser Ansatz das Auftragen der Ergebnisse in ihren tatsächlichen Messeinheiten erleichtern kann, ist die Kartenauswertung nicht intuitiv verständlich und dann verwirrend sein.

Für dieses Verfahren werden die für den EWMA festgelegten Eingriffsgrenzen beginnend mit der 6. unter Prozesslenkung erhaltenen x angeführt.

5 Hinweise für den Fall, dass die Schwankung nicht ausreicht oder die Daten nicht normalverteilt sind

5.1 Allgemeine Anforderung

Für die in 4.2 beschriebenen Qualitätsregelkarten sind Daten mit einer Auflösung, die ausreicht, um die Schwankungen in einer statistisch aussagekräftigen Weise beobachten zu können, und Daten erforderlich, die sich vernünftigerweise in Form einer Normalverteilung darstellen lassen.

Eine statistisch aussagekräftige Schwankung bedeutet, dass die Gesamtanzahl an eindeutigen Werten im Datensatz ausreichend groß (≥ 6) sein sollte.

Für die Anwendung dieses Dokuments wird ein Datensatz mit weniger als 6 eindeutigen Werten als Daten mit nicht ausreichender Auflösung angesehen.

Außerdem wird ein Datensatz mit $A-D > 1,0$ für die die Anwendung dieses Dokuments als nicht normalverteilte Daten angesehen.

5.2 Vorgehensweise für den Fall, dass die Schwankung nicht ausreicht oder die Daten nicht normalverteilt sind

5.2.1 Nicht ausreichende Schwankung

Im Falle von Prüfverfahren mit Rundungsregeln wird die in 5.1 angegebene Anforderung (mehr als sechs eindeutige Werte) unter Umständen nicht eingehalten, was bedeutet, dass es den Daten an ausreichender Auflösung fehlt, um eine für die Anwendung von Qualitätsregelkarten statistisch aussagekräftige Schwankung zu liefern, wie in 4.2 beschrieben. Einige Beispiele sind Cloudpoint-, Pourpoint- und digitale Dichtedaten. Manuell erhaltene Cloudpoint-Ergebnisse werden z. B. auf die nächste ganze Zahl gerundet (d. h. keine Nachkommastellen). Das Problem der nicht ausreichenden Auflösung tritt bei der Betrachtung des q-q-Graphen offensichtlich zu Tage, weil dieser gegebenenfalls einige horizontale Linien oder Cluster von numerisch identischen Daten aufweist. Für ein Beispiel siehe Bild 2.

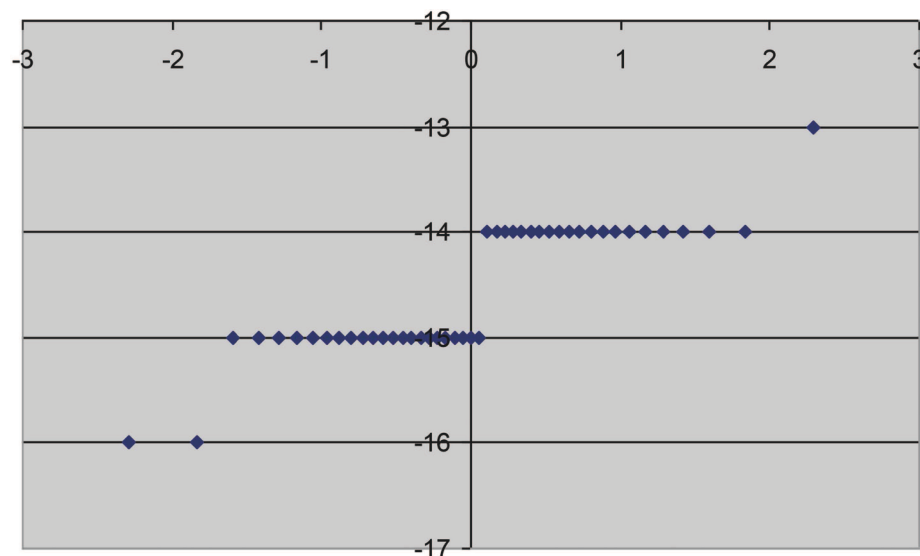


Bild 2 — Beispiel für Datencluster

Für die Zwecke der Anwendung der in 4.2 angegebenen Qualitätsregelkarten ist der erste und bevorzugte Ansatz, die Datenauflösung durch Erhalt einer zusätzlichen Dezimalstelle in den Ergebnissen zu erhöhen. Es sollte beachtet werden, dass dies, weil Ergebnisse für die Zwecke des internen QA-Qualitätsregelkartenwesens verwendet werden, nicht als eine Abweichung von den Anforderungen an die Berichterstattung über das Prüfverfahren anzusehen ist, weil diese Ergebnisse nicht an externe Kunden weitergegeben werden.

Für den Fall, dass es nicht möglich ist, eine zusätzliche Dezimalstelle zu erhalten, oder dies nicht zu ausreichenden eindeutigen Werten im Datensatz führt, wird in diesem Dokument empfohlen, den Kleinst- und den Größtwert des Datensatzes als Maßnahmenenergreifungsgrenzen in Schritt 3) in die Laufkarte einzutragen.

WICHTIG — Die Verwendung des Kleinst- und des Größtwertes ist ein Sonderfall der Verwendung des 1. und 99. Perzentils im Datensatz zur Festlegung von Maßnahmenergreifungsgrenzen, weil sich diese Perzentile bei einem kleinen Datensatz (< 100) standardmäßig zum Kleinst- und Größtwert des Datensatzes ergeben. Bei Anwendung dieses Ansatzes gibt es keine Absicherung gegen Ausreißer. Es ist daher ein gutes Urteilsvermögen notwendig, um sicherzustellen, dass diese Grenzen vernünftig gesetzt sind.

Darüber hinaus sollte beachtet werden, dass eine Laufkarte mit Maßnahmenergreifungsgrenzen wie oben beschrieben nicht als eine Qualitätsregelkarte nach den Festlegungen dieses Dokuments gilt und auch nicht als solche bezeichnet werden sollte.

5.2.2 Nicht normalverteilte Daten

Falls die Gesamtanzahl an eindeutigen Werten im Datensatz $= 6$ ist und wenn $1,0 < A-D < 1,5$, dann sollte ein Statistiker hinzugezogen werden, der mit dem Prinzip des Prüfverfahrensmesswesens und den kommerziellen Anwendungsanforderungen an das Prüfverfahren vertraut ist.

Es sollte beachtet werden, dass, falls die in 4.3.2 festgelegte Laufkarte keine erkennbaren Trends (aufwärts oder abwärts) über die Zeit zeigt, dies keine klare Unterbrechung von einem Niveau zum anderen an einer bestimmten Stelle in der chronologischen Abfolge zeigt, in einigen Fällen kann der oben beschriebene Ansatz der Verwendung von Kleinst- und Größtwert von Nutzen sein.

Nach 4.3.2, Schritt 6) werden in diesem Dokument keine Datensätze mit ≥ 6 eindeutigen Werten und einem Wert von $A-D > 1,5$ behandelt, weil dies als starker statistischer Beleg dafür gilt, dass entweder das System nicht unter statistischer Prozesslenkung arbeitet oder die Prozessergebnisse erheblich von einer Normalverteilung abweichen.

Anhang A (informativ)

Einzelheiten des Qualitätsregelkarten-Arbeitsprozesses

A.1 Phase 1 (4.3.2)

In diesem Anhang werden die Schritte 3) bis 12) der in 4.3.2 dargelegten Phase 1 ausführlich beschrieben und Beispiele dafür gegeben.

Schritt 3) lautet: „Die Einzelergebnisse sind in chronologischer Reihenfolge aufzutragen (das Ergebnis wird als Laufkarte bezeichnet), und der Graph ist auf visuell erkennbare Transkriptionsfehler zu untersuchen. Offensichtliche Transkriptionsfehler sollten berichtigt oder gelöscht werden.“ Die für das Beispiel verwendeten Daten sind in Tabelle A.1 angegeben und in Bild A.1 graphisch dargestellt.

Tabelle A.1 — Laufkartendaten

i	X (mg/kg)
1	6,7
2	7
3	6,9
4	6,6
5	6,8
6	7,1
7	8,1
8	7,5
9	6,8
10	7,7
11	6,4
12	7,2
13	6,8
14	6
15	7,7
16	7,2
17	6,9
18	6,8
19	7,4
20	7,9
i ist die chronologische Nummer der Beobachtung. X ist ein Einzelergebnis der Prüfung einer QC-Probe.	

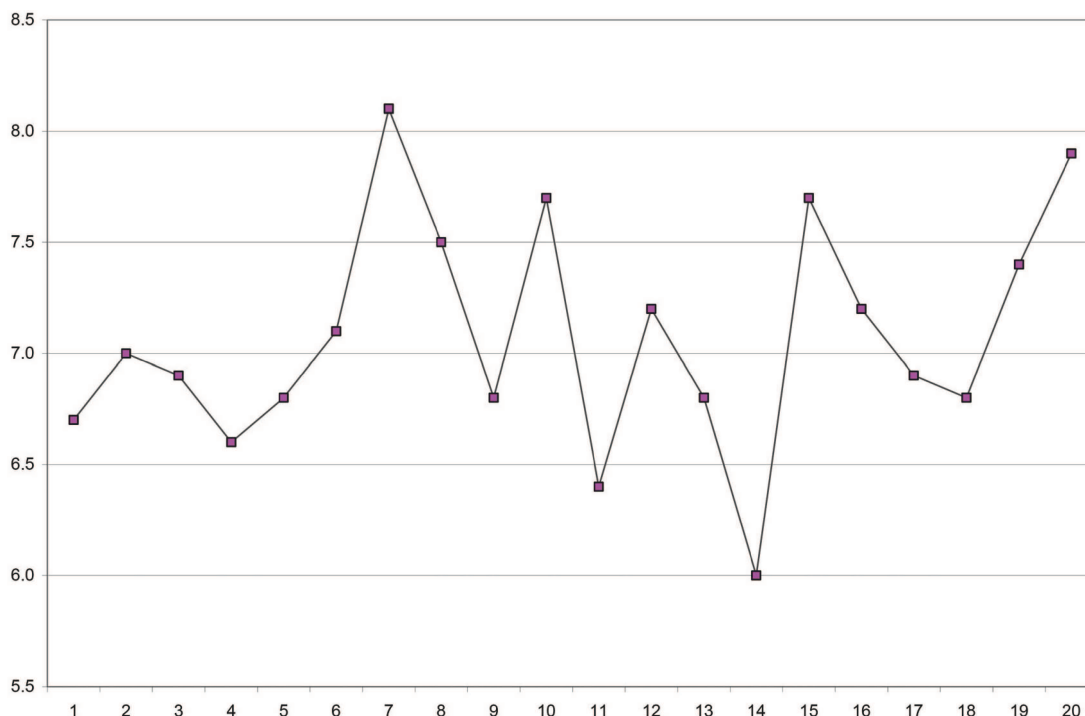


Bild A.1 — Laufkarte der in Tabelle A.1 angegebenen Ergebnisse der ersten 20 Beobachtungen

Schritt 4) lautet „Es ist ein Quantil-Quantil(q-q)-Graph zu erstellen und die Anderson-Darling(A-D)-Statistik zu berechnen.“ Im Folgenden wird das Verfahren der Erstellung eines q-q-Graphen unter Verwendung der in Tabelle A.1 angegebenen Laufkartendaten umrissen (siehe auch [7]). Zum A-D-Rechenverfahren siehe Schritt 6.

- 4a) Die Daten werden der Größe nach in aufsteigender Reihenfolge geordnet (n = Gesamtanzahl an Beobachtungen = 20).
- 4b) Den geordneten Daten wird jeweils ein Index i zugeordnet, wobei i Werte von 1 bis 20 annimmt und dem Kleinstwert $i = 1$ und dem Größtwert $i = 20$ zugewiesen wird.
- 4c) Für jede Beobachtung wird $f_i = (i - 0,5)/n$ berechnet.
- 4d) Aus der kumulativen Verteilungsversion einer Standardnormalverteilungstabelle ($\mu = 0, \sigma = 1$) wird der Wert von z_i für jeden f_i ausgelesen. Ein einfacherer Ansatz ist, zur Berechnung der z_i -Werte die Tabellenkalkulationsfunktion von Excel NORMSINV zu nutzen, wie in Tabelle A.2 dargestellt.
- 4e) Die geordneten Datenwerte werden auf gewöhnlichem Millimeterpapier auf der y-Achse über den in 4. dafür erhaltenen und auf der x-Achse abzutragenden z_i -Werten aufgetragen. Daraus ergibt sich der q-q-Graph (siehe Bild A.2).

Tabelle A.2 — Berechnung der z-Werte

Originaldaten	Geordnete Daten	Index i	$f_i = (i - 0,5)/n$	$z_i = \text{NORMSINV}(f_i)$
6,7	6	1	0,025	–1,960
7	6,4	2	0,075	–1,440
6,9	6,6	3	0,125	–1,150
6,6	6,7	4	0,175	–0,935

Originaldaten	Geordnete Daten	Index i	$f_i = (i - 0,5)/n$	$z_i = \text{NORMSINV}(f_i)$
6,8	6,8	5	0,225	-0,755
7,1	6,8	6	0,275	-0,598
8,1	6,8	7	0,325	-0,454
7,5	6,8	8	0,375	-0,319
6,8	6,9	9	0,425	-0,189
7,7	6,9	10	0,475	-0,063
6,4	7	11	0,525	0,063
7,2	7,1	12	0,575	0,189
6,8	7,2	13	0,625	0,319
6	7,2	14	0,675	0,454
7,7	7,4	15	0,725	0,598
7,2	7,5	16	0,775	0,755
6,9	7,7	17	0,825	0,935
6,8	7,7	18	0,875	1,150
7,4	7,9	19	0,925	1,440
7,9	8,1	20	0,975	1,960

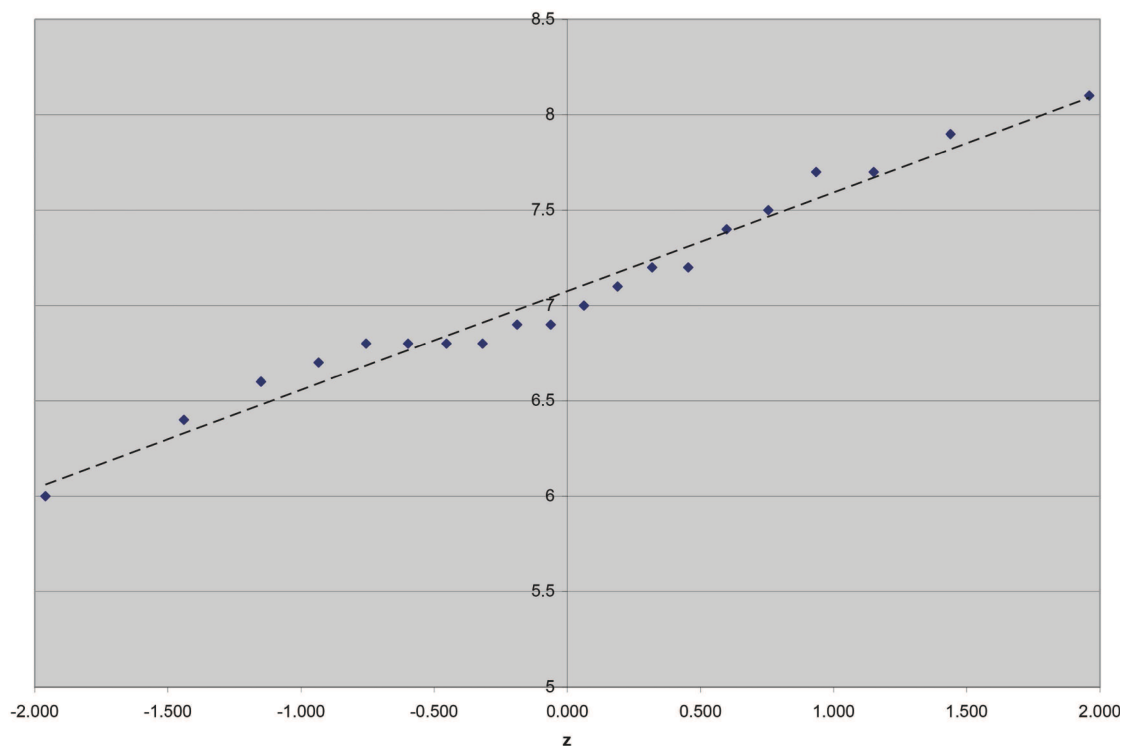


Bild A.2 — q-q-Graph der Laufkartendaten

Schritt 5) „Es ist eine formale statistische Beurteilung auf Ausreißer unter Anwendung der GESD-Technik für Ausreißer nach ISO 4259-1 vorzunehmen. Für eine Signifikanz von 0,01 wird als maximale Anzahl an Ausreißern für 20 bis 25 Beobachtungen ein Wert von 3 empfohlen.“