

DIN ISO 21748

ICS 17.020

Einsprüche bis 2013-01-31

Entwurf

**Leitfaden zur Verwendung der Schätzwerte der Wiederholpräzision, der Vergleichpräzision und der Richtigkeit beim Schätzen der Messunsicherheit (ISO 21748:2010);
Text Deutsch und Englisch**

Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation (ISO 21748:2010);
Text in German and English

Lignes directrices relatives à l'utilisation d'estimations de la répétabilité, de la reproductibilité et de la justesse dans l'évaluation de l'incertitude de mesure (ISO 21748:2010);
Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2012-09-17 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 als Datei per E-Mail an nqsz@din.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 online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder in Papierform an den Normenausschuss Qualitätsmanagement, Statistik und Zertifizierungsgrundlagen (NQSZ) im DIN, 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

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 90 Seiten

Normenausschuss Qualitätsmanagement, Statistik und Zertifizierungsgrundlagen (NQSZ) im DIN

Inhalt

Seite

Nationales Vorwort	4
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise.....	5
Einleitung.....	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Begriffe	7
3 Symbole	11
4 Kurzbeschreibung	14
4.1 Einzelergebnisse und Leistungsfähigkeit des Messprozesses	14
4.2 Anwendbarkeit von Daten der Vergleichpräzision	14
4.3 Grundlegende Gleichungen für das statistische Modell	14
4.4 Wiederholpräzisionsdaten	15
5 Bestimmen der Unsicherheit unter Verwendung von Schätzwerten der Wiederholpräzision, der Vergleichpräzision und der Richtigkeit	16
5.1 Verfahren zum Bestimmen der Messunsicherheit	16
5.2 Unterschiede zwischen erwarteter und tatsächlicher Präzision	16
6 Nachweisen der Relevanz von Verfahrenleistungsdaten für die Messergebnisse aus einem bestimmten Messprozess.....	16
6.1 Allgemeines	16
6.2 Darlegen der Beherrschung der Laborkomponente der systematischen Abweichung	17
6.2.1 Allgemeine Anforderungen.....	17
6.2.2 Verfahren für den Nachweis der Beherrschung der Laborkomponente der systematischen Abweichung	17
6.2.3 Erkennen einer signifikanten Laborkomponente bei der systematischen Abweichung	20
6.3 Verifizieren der Wiederholpräzision.....	20
6.4 Fortlaufende Verifizierung der Leistungsfähigkeit.....	20
7 Den Untersuchungseinheiten Aussagekraft verleihen	21
7.1 Allgemeines	21
7.2 Probenahme	21
7.2.1 Einbeziehung des Prozesses der Probenahme	21
7.2.2 Inhomogenität	21
7.3 Probenaufbereitung und Vorbehandlung	21
7.4 Änderungen bei der Art der Untersuchungseinheit.....	22
7.5 Streuung der Unsicherheit mit dem Niveau der Messgröße	22
7.5.1 Korrigieren von s_R	22
7.5.2 Änderungen bei anderen Beiträgen zur Unsicherheit	22
8 Zusätzliche Faktoren	23
9 Allgemeiner Ausdruck für die kombinierte Standardunsicherheit.....	23
10 Auf Ringversuchsdaten beruhende Unsicherheitsbilanzen.....	24
11 Bestimmung der Unsicherheit für ein kombiniertes Ergebnis	26
12 Darstellung von Informationen über Unsicherheit.....	26
12.1 Allgemeine Darstellung	26
12.2 Wahl des Erweiterungsfaktors	26
12.2.1 Allgemeines	26
12.2.2 Gewünschtes Vertrauensniveau	26
12.2.3 Mit dem Schätzwert verbundene Anzahl der Freiheitsgrade	26

13	Vergleich von Kennzahlen für die Verfahrensleistung mit Unsicherheitsdaten	27
13.1	Grundlegende Annahmen für den Vergleich	27
13.2	Verfahren für den Vergleich	28
13.3	Gründe für Unterschiede	28
Anhang A	(informativ) Ansätze zur Schätzung der Unsicherheit	29
A.1	Der GUM-Ansatz	29
A.2	Ansatz mittels Ringversuch	30
A.2.1	Grundmodell	30
A.2.2	Einbeziehen von Richtigkeitsdaten	31
A.2.3	Weitere Effekte — Das kombinierte Modell	32
A.3	Charakteristika beider Ansätze	34
Anhang B	(informativ) Experimentelle Bestimmung der Unsicherheit	35
B.1	Praktisches Verfahren zur Schätzung von Empfindlichkeitskoeffizienten	35
B.2	Einfaches Verfahren zur Bestimmung der auf einem Zufallseffekt beruhenden Unsicherheit	35
Anhang C	(informativ) Beispiele von Berechnungen der Unsicherheit	36
C.1	Messung von Kohlenmonoxid (CO) in Kfz-Abgasen	36
C.1.1	Einleitung	36
C.1.2	Ringversuchsdaten	36
C.1.3	Lenkung der systematischen Abweichung	36
C.1.4	Präzision	37
C.1.5	Bedeutung der Untersuchungseinheiten	37
C.1.6	Schätzwert für die Unsicherheit	37
C.2	Bestimmung der Fleischeinwaage	37
C.2.1	Einleitung	37
C.2.2	Grundlegende Gleichungen	37
C.2.3	Experimentelle Schritte zur Bestimmung der Fleischeinwaage	38
C.2.4	Komponenten der Unsicherheit	38
C.2.5	Bestimmen von Komponenten der Unsicherheit	38
C.2.6	Kombinierte Unsicherheit	40
C.3	Unsicherheit für das AOAC-Verfahren 990.12: Anzahl aerober Keime	40
C.3.1	Einleitung	40
C.3.2	Daten des Ringversuchs	40
C.3.3	Beherrschung der systematischen Abweichung	41
C.3.4	Beherrschung der Präzision	41
C.3.5	Den Untersuchungseinheiten Aussagekraft verleihen	42
C.3.6	Kombinierte Standardunsicherheit	42
C.3.7	Erweiterte Unsicherheit	42
C.3.8	Weitere Betrachtungen	42
C.4	Unsicherheit bei der Bestimmung des Rohfasergehalts	43
C.4.1	Einleitung	43
C.4.2	Berechnung der Faserkonzentration	43
C.4.3	Daten des Ringversuchs	43
C.4.4	Beherrschung der systematischen Abweichung	44
C.4.5	Beherrschung der Präzision	44
C.4.6	Streuung der Unsicherheit mit dem Niveau der Messgröße	44
C.4.7	Weitere Faktoren	45
C.4.8	Kombinierte Standardunsicherheit	45
C.4.9	Erweiterte Unsicherheit	46
Literaturhinweise		48
Contents	(English version)	51

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (DIN ISO 21748:2012) wurde vom Internationalen Technischen Komitee ISO/TC 69 „Application of statistical methods“, Unterkomitee SC 6 „Measurement methods and results“ erarbeitet, dessen Sekretariat von JISC (Japan) gehalten wird.

Für die deutsche Mitarbeit ist der Arbeitsausschuss NA 147-00-02 AA „Angewandte Statistik“ im Normenausschuss Qualitätsmanagement, Statistik und Zertifizierungsgrundlagen (NQSZ) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V. zuständig.

Zu den im Inhalt zitierten Internationalen Normen und Dokumenten wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 3534-1	siehe	DIN ISO 3534-1
ISO 5725-1:1994	siehe	DIN ISO 5725-1
ISO 5725-2:1994	siehe	DIN ISO 5725-2
ISO 5725-3:1994	siehe	DIN ISO 5725-3
ISO 5725-4:1994	siehe	DIN ISO 5725-4
ISO 5725-5:1998	siehe	DIN ISO 5725-5
ISO 5725-6:1994	siehe	DIN ISO 5725-6
ISO 10576-1	siehe	DIN ISO 10576-1
ISO 11648	siehe	DIN ISO 11648-1
ISO 19011	siehe	DIN EN ISO 19011:2011-12
ISO/IEC 17025	siehe	DIN EN ISO/IEC 17025
ISO/IEC 17043	siehe	DIN EN ISO/IEC 17043

Die Deutschen Normen sind im Anhang NA aufgeführt.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3534-1, *Statistik — Begriffe und Formelzeichen — Teil 1: Wahrscheinlichkeit und allgemeine statistische Begriffe*

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe*

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

DIN ISO 5725-3, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 3: Präzisionsmaße eines vereinheitlichten Messverfahrens unter Zwischenbedingungen*

DIN ISO 5725-4, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 4: Grundlegende Methoden für die Ermittlung der Richtigkeit eines vereinheitlichten Messverfahrens*

DIN ISO 5725-5, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 5: Alternative Methoden für die Ermittlung der Präzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

DIN ISO 5725-6, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 6: Anwendung von Genauigkeitswerten in der Praxis*

DIN ISO 10576-1, *Statistische Verfahren — Leitfaden für die Beurteilung der Konformität mit vorgegebenen Anforderungen — Teil 1: Allgemeine Grundsätze*

DIN ISO 11648-1, *Statistische Aspekte der Probenahme von Massengütern — Teil 1: Allgemeine Grundlagen*

DIN EN ISO 19011:2011-12, *Leitfaden zur Auditierung von Managementsystemen*

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

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

Leitfaden zur Verwendung der Schätzwerte der Wiederholpräzision, der Vergleichpräzision und der Richtigkeit beim Schätzen der Messunsicherheit

Einleitung

Die Kenntnis der mit Messergebnissen verbundenen Unsicherheit ist für die Interpretation der Ergebnisse unerlässlich. Ohne quantitative Bewertungen der Unsicherheit ist es unmöglich zu entscheiden, ob beobachtete Unterschiede zwischen Ergebnissen mehr als die Versuchsstreuung wiedergeben, ob Untersuchungseinheiten die Spezifikationen erfüllen oder ob Rechtsvorschriften, die auf Grenzwerte Bezug nehmen, verletzt worden sind. Ohne Informationen über die Unsicherheit besteht ein Risiko zur Fehlinterpretation der Ergebnisse. Fehlerhafte Entscheidungen, die auf solch einer Basis getroffen werden, können in der Industrie zu unnötigen Ausgaben führen, zu unangenehmer strafrechtlicher Verfolgung sowie zu nachteiligen gesundheitlichen oder sozialen Auswirkungen.

Von Labors, die unter dem ISO/IEC 17025 Akkreditierungssystem und unter ähnlichen Systemen arbeiten, wird demzufolge gefordert, die Messunsicherheit von Mess- und Ermittlungsergebnissen zahlenmäßig zu bestimmen und die Unsicherheit auszuweisen, wo dies von Bedeutung ist. Der von ISO/IEC als ISO/IEC Guide 98-3:2008 veröffentlichte *Guide to the expression of uncertainty in measurement* (GUM) beschreibt ein weithin anerkanntes Standard-Vorgehen. Allerdings setzt er voraus, dass ein Modell des Messprozesses vorliegt. Ein sehr weiter Bereich von Standard-Ermittlungsverfahren basiert jedoch auf Ringversuchen gemäß ISO 5725-2:1994. Diese Internationale Norm stellt eine geeignete und wirtschaftliche Methodik bereit zur Schätzung der Unsicherheit, die mit den Ergebnissen dieser Verfahren verbunden ist, welche in vollem Umfang mit den maßgeblichen Grundsätzen des GUM übereinstimmt, während sie zugleich die Verfahrenskenngrößen des Ringversuchs berücksichtigt.

Der in dieser Internationalen Norm verwendete allgemeine Lösungsweg erfordert, dass

- Schätzwerte für Wiederholpräzision, Vergleichpräzision und Richtigkeit des verwendeten Verfahrens, die aus Ringversuchen gemäß ISO 5725-2:1994 stammen, aus veröffentlichten Informationen über das verwendete Ermittlungsverfahren vorliegen. Diese liefern Schätzwerte für die Varianzkomponenten „innerhalb der Labors“ und „zwischen den Labors“, zusammen mit einem Schätzwert für die Unsicherheit, die mit der Richtigkeit des Verfahrens verbunden ist;
- das Labor durch Untersuchung seiner eigenen systematischen Abweichung und Präzision bestätigt, dass seine Umsetzung des Ermittlungsverfahrens mit der festgelegten Leistung des Ermittlungsverfahrens vereinbar ist. Damit wird bestätigt, dass die veröffentlichten Daten auf die vom Labor erhaltenen Ergebnisse anwendbar sind;
- alle Einflüsse auf die Messergebnisse erkannt werden, die nicht durch den Ringversuch angemessen abgedeckt sind, und dass die mit den Ergebnissen verbundene Varianz, die von diesen Effekten stammen könnte, quantifiziert wird.

Ein Schätzwert für die Unsicherheit ergibt sich auf die von GUM festgelegte Art und Weise mittels Kombination der relevanten Varianzkomponenten.

Das generelle Prinzip der Verwendung von Daten der Vergleichspräzision bei der Bestimmung der Unsicherheit wird manchmal auch als Top-Down-Ansatz bezeichnet.

Die aus einem Ringversuch erhaltene Streuung der Ergebnisse wird oft auch sinnvollerweise mit Schätzwerten für die Messunsicherheit verglichen, die sich bei Verwendung der GUM-Verfahren ergeben - als ein Test für das volle Verständnis des Verfahrens. Solche Vergleiche sind noch wirksamer, wenn es eine konsistente Methodik zur Schätzung des Wertes desselben Parameters unter Verwendung der Daten aus einem Ringversuch gibt.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm gibt Anleitung für

- die Bestimmung von Messunsicherheiten bei Verwendung von Daten, die aus Untersuchungen stammen, die gemäß ISO 5725-2:1994 durchgeführt wurden;
- den Vergleich von Ergebnissen aus einem Ringversuch mit der Messunsicherheit (MU, en: *measurement uncertainty*), die sich bei der Anwendung formaler Grundsätze der Unsicherheitsfortpflanzung ergibt (siehe Abschnitt 13).

ISO 5725-3:1994 bietet zusätzliche Modelle für Untersuchungen der Präzision unter Zwischenbedingungen. Wenn auch der gleiche allgemeine Ansatz für die Anwendung solcher erweiterten Modelle genutzt werden kann, ist die Bestimmung der Unsicherheit bei Anwendung dieser Modelle nicht in der vorliegenden Internationalen Norm enthalten.

Diese Internationale Norm ist in allen Mess- und Ermittlungsfachgebieten anwendbar, in denen eine mit einem Ergebnis verbundene Unsicherheit bestimmt werden muss.

Diese Internationale Norm beschreibt nicht die Verwendung von Wiederholpräzisionsdaten, wenn Daten der Vergleichpräzision fehlen.

Diese Internationale Norm geht davon aus, dass erkannte nicht vernachlässigbare systematische Effekte korrigiert werden, entweder durch eine numerische Korrektur als Teil des Messverfahrens oder durch Untersuchung und Behebung der Ursache des Effektes.

Die Empfehlungen in dieser Internationalen Norm dienen in erster Linie als Anleitung. Es wird zugestanden, dass, obwohl die gegebenen Empfehlungen für viele Zwecke tatsächlich einen geeigneten Ansatz zur Bestimmung der Unsicherheit bilden, es auch möglich ist, andere geeignete Ansätze zu verwenden.

Im Allgemeinen gelten die für Messergebnisse, -verfahren und -prozesse in dieser Internationalen Norm gegebenen Empfehlungen ebenso für Ermittlungsergebnisse, -verfahren und -prozesse.

2 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe. Zusätzlich wird auf „Zwischenbedingungen der Präzision“ (en: *intermediate precision conditions*) Bezug genommen, die im Detail in ISO 5725-3:1994 behandelt werden.

2.1

systematische Abweichung

Differenz zwischen dem mathematischen Erwartungswert eines Ermittlungsergebnisses oder eines Messergebnisses und dem wahren Wert

ANMERKUNG 1 Die systematische Abweichung ist die gesamte systematische Abweichung im Gegensatz zur zufälligen Abweichung. Eine oder mehrere Komponenten der systematischen Abweichung können zu der systematischen Abweichung beitragen. Eine größere systematische Differenz zum wahren Wert äußert sich durch einen größeren Wert der systematischen Abweichung.

ANMERKUNG 2 Die systematische Abweichung eines Messinstruments (Richtigkeitsabweichung) wird normalerweise geschätzt durch Berechnung der mittleren Anzeigeabweichung aus einer hinreichenden Anzahl von Wiederholungsmessungen. Die Anzeigeabweichung ist „die Anzeige eines Messinstrumentes minus dem wahren Wert der zugehörigen Eingangsgröße“.

ANMERKUNG 3 In der Praxis wird der wahre Wert durch den akzeptierten Bezugswert ersetzt.

[ISO 3534-2:2006, Definition 3.3.2]

2.2

kombinierte Standardunsicherheit

$u(y)$

Standardunsicherheit eines Messergebnisses, wenn dieses Ergebnis aus den Werten einer Anzahl anderer Größen gewonnen wird. Sie ist gleich der positiven Quadratwurzel einer Summe von Gliedern, wobei die Glieder Varianzen oder Kovarianzen dieser anderen Größen sind, gewichtet danach, wie das Messergebnis mit Änderungen dieser Größen variiert

[ISO/IEC Guide 98-3:2008, Definition 2.3.4]

2.3

Erweiterungsfaktor

k

Zahlenfaktor, mit dem die kombinierte Standardunsicherheit multipliziert wird, um eine erweiterte Messunsicherheit zu erhalten

ANMERKUNG Ein Erweiterungsfaktor k liegt typisch im Bereich 2 bis 3.

[ISO/IEC Guide 98-3:2008, Definition 2.3.6]

2.4

erweiterte Unsicherheit

U

Kenngroße, die einen Bereich um das Messergebnis kennzeichnet, von dem erwartet werden kann, dass er einen großen Anteil der Verteilung der Werte umfasst, die der Messgröße vernünftigerweise zugeordnet werden könnten

ANMERKUNG 1 Der Anteil kann als Überdeckungswahrscheinlichkeit oder als Vertrauensniveau des Bereiches angesehen werden.

ANMERKUNG 2 Um dem durch die erweiterte Messunsicherheit gekennzeichneten Bereich ein spezielles Vertrauensniveau zuzuordnen, sind explizite oder implizite Annahmen über die Wahrscheinlichkeitsverteilung erforderlich, die durch das Messergebnis und dessen kombinierte Standardunsicherheit charakterisiert wird. Das Vertrauensniveau, das diesem Bereich zugeordnet werden kann, kann nur in dem Maße bekannt sein, wie solche Annahmen gerechtfertigt sind.

ANMERKUNG 3 Die erweiterte Messunsicherheit wird in Abschnitt 5 der Empfehlung INC-1 (1980) *Gesamtunsicherheit* genannt.

[ISO/IEC Guide 98-3:2008, Definition 2.3.5]

2.5

Präzision

Grad der Übereinstimmung zwischen voneinander unabhängigen Ermittlungs-/Messergebnissen, die unter vereinbarten Bedingungen erhalten wurden

ANMERKUNG 1 Die Präzision hängt nur von der Verteilung der zufälligen Abweichungen ab. Sie bezieht sich nicht auf den wahren Wert oder den angegebenen Wert.

ANMERKUNG 2 Das Maß für die Präzision wird im Allgemeinen als Unpräzision ausgedrückt, die berechnet wird als Standardabweichung des Ermittlungsergebnisses oder des Messergebnisses. Eine kleinere Präzision äußert sich durch eine größere Standardabweichung.

ANMERKUNG 3 Quantitative Maße für die Präzision hängen entscheidend von den vereinbarten Bedingungen ab. Wiederholbedingungen und Vergleichbedingungen sind besondere Sätze von äußerst genau vereinbarten Bedingungen.

[ISO 3534-2:2006, Definition 3.3.4]

2.6

Wiederholpräzision

Präzision unter Wiederholbedingungen

ANMERKUNG Die Wiederholpräzision kann zahlenmäßig ausgedrückt werden durch Merkmale für die Streuung der Ergebnisse.

[ISO 3534-2:2006, Definition 3.3.5]

2.7

Wiederholbedingungen

Beobachtungsbedingungen, bei denen voneinander unabhängige Ermittlungs-/Messergebnisse nach demselben Verfahren an identischen Untersuchungseinheiten in demselben Laboratorium von demselben Bearbeiter mit derselben Geräteausrüstung innerhalb einer kurzen Zeitspanne ermittelt werden

ANMERKUNG Die Wiederholbedingungen umfassen:

- dasselbe Messverfahren oder Ermittlungsverfahren;
- denselben Bearbeiter;
- dieselbe Geräteausrüstung, die unter denselben Bedingungen benutzt wird;
- denselben Ort;
- die Wiederholung innerhalb einer kurzen Zeitspanne.

[ISO 3534-2:2006, Definition 3.3.6]

2.8

Wiederholstandardabweichung

Standardabweichung von Ermittlungsergebnissen oder Messergebnissen, die unter Wiederholbedingungen ermittelt werden

ANMERKUNG 1 Die Wiederholstandardabweichung ist ein Maß für die Streuung der Verteilung der Ermittlungs- oder der Messergebnisse unter Wiederholbedingungen.

ANMERKUNG 2 In gleicher Weise können „Wiederholvarianz“ und „Wiederholvariationskoeffizient“ definiert werden; diese können als Maße für die Streuung der Ermittlungs- oder der Messergebnisse unter Wiederholbedingungen benutzt werden.

[ISO 3534-2:2006, Definition 3.3.7]

2.9

Vergleichpräzision

Präzision unter Vergleichbedingungen

ANMERKUNG 1 Die Vergleichpräzision kann zahlenmäßig ausgedrückt werden durch die Merkmale für die Dispersion der Ergebnisse.

ANMERKUNG 2 Unter Ergebnissen werden üblicherweise korrigierte Ergebnisse verstanden.

[ISO 3534-2:2006, Definition 3.3.10]

2.10

Vergleichbedingungen

Beobachtungsbedingungen, bei denen voneinander unabhängige Ermittlungs-/Messergebnisse erhalten werden, die mit demselben Verfahren an identischen Untersuchungseinheiten in verschiedenen Laboratorien von verschiedenen Bearbeitern mit verschiedener Geräteausrüstung gewonnen wurden

[ISO 3534-2:2006, Definition 3.3.11]

2.11**Vergleichstandardabweichung**

Standardabweichung von Ermittlungsergebnissen oder Messergebnissen, die unter Vergleichbedingungen erhalten wurden

ANMERKUNG 1 Die Vergleichstandardabweichung ist ein Maß für die Streuung der Verteilung der Ermittlungs- oder der Messergebnisse unter Vergleichbedingungen.

ANMERKUNG 2 In gleicher Weise können „Vergleichvarianz“ und „Vergleichvariationskoeffizient“ definiert werden; diese können als Maße für die Streuung der Ermittlungs- oder der Messergebnisse unter Wiederholbedingungen benutzt werden.

[ISO 3534-2:2006, Definition 3.3.12]

2.12**Standardunsicherheit**

$u(x_i)$

als Standardabweichung ausgedrückte Unsicherheit des Ergebnisses einer Messung

[ISO/IEC Guide 98-3:2008, Definition 2.3.1]

2.13**Richtigkeit**

Grad der Übereinstimmung zwischen dem mathematischen Erwartungswert eines Ermittlungsergebnisses oder eines Messergebnisses und dem wahren Wert

ANMERKUNG 1 Als Maß für die Richtigkeit wird im Allgemeinen die systematische Abweichung gewählt.

ANMERKUNG 2 Die Richtigkeit wird gelegentlich als „Genauigkeit des Mittelwertes“ bezeichnet. Dieser Sprachgebrauch wird nicht empfohlen.

ANMERKUNG 3 In der Praxis wird der wahre Wert durch den akzeptierten Bezugswert ersetzt.

[ISO 3534-2:2006, Definition 3.3.3]

2.14**Unsicherheit**

〈Messtechnik〉 dem Messergebnis zugeordneter Parameter, der die Streuung der Werte kennzeichnet, die vernünftigerweise der Messgröße zugeordnet werden könnte

ANMERKUNG 1 Der Parameter ist beispielsweise eine Standardabweichung (oder ein gegebenes Vielfaches davon) oder die halbe Weite eines Bereiches sein, der ein festgelegtes Vertrauensniveau hat.

ANMERKUNG 2 Messunsicherheit enthält im Allgemeinen viele Komponenten. Einige dieser Komponenten können aus der statistischen Verteilung der Ergebnisse einer Messreihe ermittelt und durch empirische Standardabweichungen gekennzeichnet werden. Die anderen Komponenten, die ebenfalls durch Standardabweichungen charakterisiert werden können, werden aus angenommenen Wahrscheinlichkeitsverteilungen ermittelt, die sich auf Erfahrung oder andere Information gründen.

ANMERKUNG 3 Es wird vorausgesetzt, dass das Messergebnis der beste Schätzwert für den Wert der Messgröße ist, und dass alle Komponenten der Unsicherheit zur Streuung beitragen, eingeschlossen diejenigen, welche von systematischen Einwirkungen herrühren, z. B. solche, die von Korrekturen und Bezugsnormen stammen.

[ISO/IEC Guide 98-3:2008, Definition 2.2.3]

2.15**Unsicherheitsbilanz**

Liste von Quellen der Unsicherheit und ihrer zugehörigen Standardunsicherheiten, zusammengestellt in Hinblick auf die Bestimmung einer kombinierten Standardunsicherheit, die mit einem Messergebnis verbunden ist

ANMERKUNG Die Liste enthält oft zusätzliche Informationen, wie etwa Empfindlichkeitskoeffizienten (Veränderung des Ergebnisses durch die Änderung einer Größe, die das Ergebnis beeinflusst), Anzahl der Freiheitsgrade für jede Standardunsicherheit sowie eine Kennzeichnung der Mittel zur Bestimmung jeder Standardunsicherheit in Form von Ermittlungsmethode A oder Ermittlungsmethode B (siehe ISO/IEC Guide 98-3:2008).

3 Symbole

- a Koeffizient, der in der empirischen Beziehung $\hat{s}_R = a + bm$ den Achsenabschnitt bezeichnet
- B durch das Labor bedingter Anteil der systematischen Abweichung
- b Koeffizient, der in der empirischen Beziehung $\hat{s}_R = a + bm$ die Steigung bezeichnet
- c Koeffizient in der empirischen Beziehung $\hat{s}_R = cm^d$
- c_i Empfindlichkeitskoeffizient $\partial y / \partial x_i$
- d Koeffizient, der in der empirischen Beziehung $\hat{s}_R = cm^d$ den Exponenten bezeichnet
- e Zufallsabweichung unter Wiederholbedingungen
- k als Multiplikator für die kombinierte Standardunsicherheit u verwendeter numerischer Faktor, um eine erweiterte Unsicherheit U zu erhalten
- l Nummer des Labors
- m Erwartungswert der Messergebnisse
- N Anzahl der Beiträge, die in die Berechnung der kombinierten Unsicherheit eingehen
- n' Anzahl der Beiträge, die zusätzlich zu den Daten des Ringversuchs in die Berechnung der kombinierten Unsicherheit eingehen
- n_l Anzahl der Wiederholungen durch Labor l bei der Untersuchung eines anerkannten Referenzmaterials
- n_r Anzahl der wiederholten Messungen
- p Anzahl der Labors
- Q Anzahl der Untersuchungseinheiten aus einem größeren Los
- q Anzahl der durch Vereinbarung festgelegten Werte bei einem Ringversuch
- r_{ij} Korrelationskoeffizient von x_i und x_j , im Intervall -1 bis $+1$
- s_b als Standardabweichung ausgedrückte Varianzkomponente „zwischen den Gruppen“
- s_b^2 Varianzkomponente „zwischen den Gruppen“
- s_D geschätzte oder experimentelle Standardabweichung von Ergebnissen, die sich durch wiederholte Messung eines Referenzmaterials ergibt, das zum Prüfen der Beherrschung der systematischen Abweichung verwendet wird
- s_{inh} mit der Inhomogenität der Probe verbundene Unsicherheit
- s_{inh}^2 mit der Inhomogenität der Probe verbundene Varianzkomponente

- s_l geschätzte Wiederholstandardabweichung mit ν_l Freiheitsgraden für Labor l bei der Verifizierung der Wiederholpräzision
- s_L experimentelle oder geschätzte Standardabweichung zwischen den Labors
- $\hat{s}_L$ korrigierter Schätzwert der mit B verbundenen Standardabweichung, wobei s_L vom Niveau der Messgröße abhängig ist
- s_L^2 geschätzte Varianz von B
- s_r Schätzwert der Standardabweichung „innerhalb der Labors“; die geschätzte Standardabweichung für e
- s'_r korrigierter Schätzwert für die Standardabweichung „innerhalb der Labors“, wobei der Beitrag vom Niveau der Messgröße abhängig ist
- s_r^2 geschätzte Varianz von e
- s_R geschätzte Vergleichstandardabweichung
- s'_R Schätzwert der Vergleichstandardabweichung, korrigiert um den Laborschätzwert der Wiederholstandardabweichung
- $\hat{s}_R$ korrigierter Schätzwert der Vergleichstandardabweichung, berechnet mithilfe eines empirischen Modells, wobei die Beiträge vom Niveau der Messgröße abhängig sind
- s_w Schätzwert der Standardabweichung „innerhalb eines Labors“ aus Wiederholungen oder anderen Untersuchungen zur Wiederholpräzision
- s_w^2 geschätzte Varianzkomponente „innerhalb einer Gruppe“ (oft eine Varianzkomponente „innerhalb eines Labors“)
- $s_{\hat{\delta}}$ geschätzte Standardabweichung der systematischen Abweichung $\hat{\delta}$ in einem Ringversuch
- $s(\Delta_y)$ Labor-Standardabweichung von Differenzen bei einem Vergleich eines Routineverfahrens mit einem vorgegebenen Verfahren oder mit durch Vereinbarung festgelegten Werten
- $u(\hat{\delta})$ mit δ verbundene Unsicherheit, die auf der Unsicherheit bei der Schätzung von δ durch Messung eines Messnormals oder eines Referenzmaterials mit zertifiziertem Wert $\hat{\mu}$ beruht
- $u(\hat{\mu})$ mit dem anerkannten Wert $\hat{\mu}$ verbundene Unsicherheit
- $u(x_i)$ mit dem Eingabewert x_i verbundene Unsicherheit; auch die mit x'_i verbundene Unsicherheit, wenn sich x_i und x'_i nur um eine Konstante unterscheiden
- $u(y)$ zu y gehörige kombinierte Standardunsicherheit, wobei $u(y) = \sqrt{\sum_{i=1,n} c_i^2 u^2(x_i)}$
- $u_i(y)$ Beitrag zur kombinierten Unsicherheit von y , der dem Wert x_i zugeordnet ist. Für die oben angegebene Definition von $u(y)$ ist $u_i(y) = c_i u(x_i)$.
- $u(y_i)$ mit dem Ergebnis oder einem festgelegten Wert y_i verbundene kombinierte Standardunsicherheit
- $u(Y)$ kombinierte Unsicherheit des Ergebnisses $Y = f(y_1, y_2, \dots)$, wobei $u(Y) = \sqrt{\sum_i [c_i u(y_i)]^2}$
- $u^2(y)$ als Varianz ausgedrückte kombinierte Standardunsicherheit von y
- u_{inh} auf der Inhomogenität der Probe beruhende Unsicherheit
- U erweiterte Unsicherheit, gleich dem k -fachen der Standardunsicherheit u

$U(y)$	erweiterte Unsicherheit von y , wobei $U(y) = k u(y)$ ist, worin k ein Erweiterungsfaktor ist
x_i	Wert des i -ten Eingabewertes bei der Ermittlung eines Ergebnisses
x'_i	Abweichung des i -ten Eingabewertes vom Nennwert x
Y	kombiniertes Ergebnis als eine Funktion anderer Ergebnisse y_i
y_i	Ergebnis aus einem vorgegebenen Verfahren für die Untersuchungseinheit i bei einem Vergleich von Verfahren, oder festgesetzter Wert bei einem Vergleich mit durch Vereinbarung festgelegten Werten
$\hat{y}_i$	Ergebnis für Untersuchungseinheit i aus dem Routine-Ermittlungsverfahren bei einem Verfahrensvergleich
y_0	festgelegter Wert für eine Eignungsprüfung
Δ	systematische Abweichung des Labors
Δ_l	Schätzwert für die systematische Abweichung des Labors l , gleich dem Erwartungswert m des Labors minus dem anerkannten Wert $\hat{\mu}$
$\bar{\Delta}_y$	arithmetischer Mittelwert der systematischen Abweichung eines Labors bei einem Vergleich eines Routineverfahrens mit einem vorgegebenen Verfahren oder mit Konsens-Werten
δ	dem verwendeten Messverfahren innewohnende systematische Abweichung
$\hat{\delta}$	geschätzte oder gemessene systematische Abweichung
μ	unbekannter Erwartungswert des idealen Ergebnisses
$\hat{\mu}$	anerkannter Wert eines Referenzmaterials
σ_0	Standardabweichung bei der Eignungsprüfung
σ_D	wahrer Wert der Standardabweichung von Ergebnissen, die sich durch wiederholte Messung eines Referenzmaterials ergibt, das zur Überprüfung der Beherrschung der systematischen Abweichung verwendet wird
σ_L	Standardabweichung „zwischen den Labors“; Standardabweichung von B
σ_L^2	Varianz von B ; Varianz „zwischen den Labors“
σ_r	Standardabweichung „innerhalb der Labors“; Standardabweichung von e
σ_r^2	Varianz von e ; Varianz „innerhalb der Labors“
σ_w	Standardabweichung „innerhalb der Gruppe“
σ_{w0}	für angemessene Leistung erforderliche Standardabweichung (siehe ISO Guide 33)
ν_{eff}	tatsächliche Anzahl der Freiheitsgrade der Standardabweichung eines Ergebnisses y_i oder der Unsicherheit, die mit einem Ergebnis y_i verbunden ist
ν_i	Anzahl der Freiheitsgrade des i -ten Beitrags zur Unsicherheit
ν_l	Anzahl der Freiheitsgrade, die mit dem Schätzwert s_l der Standardabweichung für Labor l bei der Verifizierung der Wiederholpräzision verbunden ist

4 Kurzbeschreibung

4.1 Einzelergebnisse und Leistungsfähigkeit des Messprozesses

4.1.1 Messunsicherheit bezieht sich auf Einzelergebnisse. Wiederholpräzision, Vergleichpräzision und systematische Abweichung beziehen sich dagegen auf die Leistungsfähigkeit eines Mess- oder Ermittlungsprozesses. Für Untersuchungen auf der Basis aller Teile von ISO 5725 wird der Mess- oder Ermittlungsprozess ein einziges Messverfahren sein, das von allen an der Untersuchung beteiligten Labors verwendet wird. Es ist zu beachten, dass für die Zwecke dieser Internationalen Norm angenommen wird, dass die Messmethode in der Form eines einzigen, in allen Einzelheiten festgelegten Messverfahrens angewendet wird (so, wie in ISO/IEC Guide 99:2007, 2.6, festgelegt). In dieser Internationalen Norm wird stillschweigend unterstellt, dass Prozessleistungsdaten, die aus Untersuchungen der Verfahrensleistung abgeleitet sind, maßgeblich sind für alle individuellen Messergebnisse, die von dem Prozess stammen. Es wird sich herausstellen, dass diese Annahme Unterstützungsbelege in Form geeigneter Qualitätslenkungs- und -sicherungsdaten für den Messprozess erfordert (Abschnitt 6).

4.1.2 Es wird sich weiter unten zeigen, dass möglicherweise zusätzlich Unterschiede zwischen einzelnen Untersuchungseinheiten berücksichtigt werden müssen, aber, mit dem Vorbehalt, dass es bei einem wohldefinierten und beherrschten Messprozess nicht notwendig ist, individuelle und detaillierte Untersuchungen der Unsicherheit für jede Untersuchungseinheit durchzuführen.

4.2 Anwendbarkeit von Daten der Vergleichpräzision

Die Anwendung dieser Internationalen Norm beruht auf zwei Grundsätzen.

- Erstens, die in einem Ringversuch erhaltene Vergleichpräzision-Standardabweichung ist eine zulässige Basis für die Ermittlung der Messunsicherheit (siehe A.2.1).
- Zweitens, im Ringversuch nicht überwachte Effekte müssen nachweisbar vernachlässigbar oder ausdrücklich einkalkuliert sein. Das letztere Prinzip wird durch eine Erweiterung des für den Ringversuch verwendeten Basismodells realisiert (siehe A.2.3).

4.3 Grundlegende Gleichungen für das statistische Modell

4.3.1 Das statistische Modell, auf dem diese Internationale Norm beruht, ist in Gleichung (1) angegeben:

$$y = \mu + \delta + B + \sum c_i x'_i + e \quad (1)$$

mit

- y Messergebnis, von dem angenommen wird, dass es nach einer geeigneten Funktion berechnet ist;
- μ (unbekannter) Erwartungswert des idealen Ergebnisses;
- δ dem Messverfahren innewohnende systematische Abweichung;
- B durch das Labor bedingter Anteil der systematischen Abweichung;
- x'_i Abweichung vom Nennwert x_i ;
- c_i Empfindlichkeitskoeffizient, gleich $\partial y / \partial x_i$;
- e Zufallsabweichung unter Wiederholbedingungen.

Von B und e wird angenommen, dass sie normalverteilt sind mit den Varianzen σ_L^2 bzw. σ_r^2 . Diese Ausdrücke bilden das in ISO 5725-2:1994 für die Auswertung von Daten aus Ringversuchen verwendete Modell.

Da die beobachteten Standardabweichungen der systematischen Abweichung δ des Verfahrens, der systematischen Abweichung B des Labors und der Zufallsabweichung e übergreifende Maßzahlen der Streuung unter den Bedingungen des Ringversuchs sind, erfolgt die Summation $\sum c_i x'_i$ über diejenigen Effekte, die *anderen* Abweichungen unterliegen, als jenen, die von δ , B , oder e abgedeckt sind, und demzufolge liefert die Summation eine Methode für die Berücksichtigung von Effekten von Tätigkeiten, die nicht im Rahmen eines Ringversuchs ausgeführt werden.

Beispiele solcher Tätigkeiten umfassen das Folgende:

- a) Vorbereitung der Untersuchungseinheit, die in der Praxis für jede Untersuchungseinheit durchgeführt wird, im Fall eines Ringversuchs aber vor dem Verteilen durchgeführt wird;
- b) Effekte durch Teilprobenahme in der Praxis, wenn Untersuchungseinheiten für einen Ringversuch, so wie es üblich ist, vor dem Versuch homogenisiert werden. Von den x'_i wird angenommen, dass sie normalverteilt sind mit Erwartungswert null und Varianz $u^2(x_i)$.

Die detaillierte Begründung für dieses Modell wird in Anhang A zur Information angegeben.

ANMERKUNG Abweichung (en: error) wird allgemein definiert als der Unterschied zwischen einem Referenzwert und einem Ergebnis. Im GUM wird „Abweichung“ (ein einzelner Wert) klar unterschieden von „Unsicherheit“ (der Streuung von Werten). Bei der Schätzung der Unsicherheit ist es jedoch wichtig, die Streuung aufgrund von Zufallseffekten zu beschreiben und diese in einem detaillierten Modell zu berücksichtigen. Für den vorliegenden Zweck wird dies durch Berücksichtigung von „Abweichungstermen“ mit Erwartungswert null wie in Gleichung (1) erreicht.

4.3.2 Wenn das durch Gleichung (1) beschriebene Modell vorliegt, kann die mit einer Beobachtung verbundene Unsicherheit $u(y)$ mithilfe von Gleichung (2) geschätzt werden.

$$u^2 y = u^2(\hat{\delta}) + s_L^2 + \sum c_i^2 u^2(x_i) + s_r^2 \quad (2)$$

mit

s_L^2 geschätzte Varianz von B ;

s_r^2 geschätzte Varianz von e ;

$u(\hat{\delta})$ mit δ verbundene Unsicherheit, die auf der Unsicherheit der Schätzung von δ durch Messung eines Messnormals oder Referenzmaterials mit anerkanntem Wert $\hat{\mu}$ beruht;

$u(x_i)$ mit x'_i verbundene Unsicherheit.

Wenn die Vergleichstandardabweichung s_R gegeben ist durch $s_R^2 = s_L^2 + s_r^2$ dann kann s_R^2 für $s_L^2 + s_r^2$ gesetzt werden, und Gleichung (2) vereinfacht sich zu Gleichung (3):

$$u^2(y) = u^2(\hat{\delta}) + s_R^2 + \sum c_i^2 u^2(x_i) \quad (3)$$

4.4 Wiederholpräzisionsdaten

Es wird sich zeigen, dass Wiederholpräzisionsdaten in dieser Internationalen Norm vor allem für die Überprüfung der Präzision genutzt werden, was in Verbindung mit anderen Ermittlungen bestätigt, dass ein bestimmtes Labor Vergleichpräzisions- und Richtigkeitsdaten bei seinen Schätzungen der Unsicherheit verwenden darf. Wiederholpräzisionsdaten werden auch bei der Berechnung der Vergleichpräzisionskomponente der Unsicherheit (siehe 6.3 und Abschnitt 10) verwendet.

5 Bestimmen der Unsicherheit unter Verwendung von Schätzwerten der Wiederholpräzision, der Vergleichpräzision und der Richtigkeit

5.1 Verfahren zum Bestimmen der Messunsicherheit

Die Grundlagen, auf denen diese Internationale Norm beruht (siehe 4.1), führen zu folgendem Verfahren für das Bestimmen der Messunsicherheit.

- a) Beschaffen von Schätzwerten für die Wiederholpräzision, die Vergleichpräzision und für die Richtigkeit des verwendeten Verfahrens aus über das Verfahren veröffentlichten Informationen.
- b) Feststellen, ob die systematische Abweichung des Labors bei den Messungen innerhalb dessen liegt, was auf der Basis der nach 5.1 a) erhaltenen Daten erwartet wird.
- c) Feststellen, ob die bei den aktuellen Messungen erreichte Präzision innerhalb dessen liegt, was auf der Basis der in 5.1 a) erhaltenen Schätzwerte für Wiederholpräzision und Vergleichpräzision erwartet wird.
- d) Ermitteln aller Einflüsse auf die Messung, die in den in 5.1 a) herangezogenen Analysen nicht angemessen abgedeckt waren, und Quantifizieren der Varianz, die von diesen Effekten herrühren könnte, unter Berücksichtigung der Empfindlichkeitskoeffizienten und der Unsicherheiten für jeden Einfluss.
- e) Wo die systematische Abweichung und die Präzision, wie in 5.1 b) und c) aufgezeigt, beherrscht werden, Zusammenfassen des Schätzwertes für die Vergleichpräzision [5.1 a)] mit der mit der Richtigkeit verbundenen Unsicherheit [5.1 a) und b)] und den Effekten zusätzlicher Einflüsse [5.1 d)], um einen zusammenfassenden Schätzwert der Unsicherheit zu bilden.

Die einzelnen Schritte werden in den Abschnitten 6 bis 10 ausführlicher beschrieben.

ANMERKUNG Diese Internationale Norm unterstellt, dass, falls die systematische Abweichung nicht beherrscht wird, Korrekturmaßnahmen ergriffen werden, um den Prozess entsprechend zu beherrschen.

5.2 Unterschiede zwischen erwarteter und tatsächlicher Präzision

Falls sich die Präzision in der Praxis unterscheidet von der, die nach den Analysen in 5.1 a) erwartet wurde, sollten die betreffenden Beiträge zur Unsicherheit angepasst werden. Abschnitt 7.5 beschreibt Anpassungen von Schätzwerten der Vergleichpräzision für den allgemeinen Fall, bei dem die Präzision ungefähr proportional zum Niveau der Messgröße ist.

6 Nachweisen der Relevanz von Verfahrensleistungsdaten für die Messergebnisse aus einem bestimmten Messprozess

6.1 Allgemeines

Die Ergebnisse aus einem Ringversuch liefern Leistungskennzahlen (s_R , s_r) und in einigen Fällen einen Schätzwert für die systematische Abweichung des Verfahrens, die eine „Spezifikation“ für die Leistungsfähigkeit des Verfahrens bilden. Bei Anwendung des Verfahrens für seinen vorgegeben Zweck, wird von einem Labor normalerweise erwartet, darzulegen, dass es diese „Spezifikation“ erfüllt. In den meisten Fällen wird dies durch Untersuchungen erreicht, die die Beherrschung der Wiederholpräzision (siehe 6.3) und der Laborkomponente der systematischen Abweichung (siehe 6.2) verifizieren sollen, und durch fortgesetzte Überprüfungen der Leistungsfähigkeit [Qualitätslenkung und -sicherung (siehe 6.4)].

6.2 Darlegen der Beherrschung der Laborkomponente der systematischen Abweichung

6.2.1 Allgemeine Anforderungen

6.2.1.1 Ein Labor sollte für seine Umsetzung eines Verfahrens darlegen, dass die systematische Abweichung beherrscht wird, das heißt, dass die Laborkomponente der systematischen Abweichung innerhalb des vom Ringversuch erwarteten Rahmens liegt. Bei den folgenden Darstellungen wird davon ausgegangen, dass Überprüfungen der systematischen Abweichung an Materialien durchgeführt werden, deren Referenzwerte denen derjenigen Einheiten, die gerade einer Routineermittlung unterzogen werden, sehr ähnlich sind. Wenn die für die Überprüfung der systematischen Abweichung verwendeten Materialien Referenzwerte haben, die nicht nahe bei denen der routinemäßig untersuchten Materialien liegen, sollten die resultierenden Beiträge zur Unsicherheit gemäß den Regelungen in 7.4 und 7.5 modifiziert werden.

6.2.1.2 Im Allgemeinen stellt eine Überprüfung der Laborkomponente der systematischen Abweichung einen Vergleich zwischen den Laborergebnissen mit einem oder mehreren Bezugswerten dar, und begründet einen Schätzwert für B . Gleichung (2) zeigt, dass die mit den Schwankungen von B verbundene Unsicherheit durch s_L beschrieben wird, das seinerseits in s_R enthalten ist. Da aber die Überprüfung der systematischen Abweichung selbst unsicher ist, erhöht die Unsicherheit des Vergleichs im Prinzip die Unsicherheit der Ergebnisse, die bei zukünftigen Anwendungen des Verfahrens erhalten werden. Aus diesem Grunde ist es wichtig, sicherzustellen, dass die Unsicherheit, die mit der Überprüfung der systematischen Abweichung verbunden ist, im Vergleich zu s_R gering ist (idealerweise geringer als $0,2 s_R$). Die folgende Anleitung geht demzufolge davon aus, dass lediglich vernachlässigbare Unsicherheiten mit der Überprüfung der systematischen Abweichung verbunden sind. Wenn dies der Fall ist, und kein Anhaltspunkt für eine übermäßige Laborkomponente der systematischen Abweichung gefunden wird, gilt Gleichung (3) ohne jede Änderung. Wenn aber die mit der Überprüfung der systematischen Abweichung verbundenen Unsicherheiten groß sind, ist es vernünftig, die auf der Basis von Gleichung (3) geschätzte Unsicherheit zu erhöhen, beispielsweise durch Aufnahme zusätzlicher Terme in die Unsicherheitsbilanz (2.15).

Wenn aus Ringversuchen zur Richtigkeit bekannt ist, dass das Verfahren eine nicht vernachlässigbare systematische Abweichung hat, sollte die bekannte systematische Abweichung des Verfahrens bei der Beurteilung der systematischen Labor-Abweichung berücksichtigt werden, beispielsweise durch Korrektur der Ergebnisse um die bekannte systematische Abweichung des Verfahrens.

6.2.2 Verfahren für den Nachweis der Beherrschung der Laborkomponente der systematischen Abweichung

6.2.2.1 Allgemeines

Die Beherrschung der systematischen Abweichung ist beispielsweise mit jedem der folgenden Verfahren nachweisbar. Der Einheitlichkeit halber werden in dieser Internationalen Norm für alle Ermittlungen der systematischen Abweichung die gleichen allgemeinen Kriterien genutzt. Strengere Vorgehensweisen dürfen verwendet werden.

6.2.2.2 Untersuchung eines anerkannten Referenzmaterials oder eines Messnormal

Ein Labor l sollte n_l wiederholte Messungen an dem Bezugsnormal unter Wiederholbedingungen durchführen, um einen Schätzwert Δ_l (gleich dem Erwartungswert m des Labors minus dem anerkannten Wert $\hat{\mu}$) für die systematische Abweichung bei diesem Material zu bilden. Wenn machbar, sollte n_l so gewählt werden, dass für die Unsicherheit $\sqrt{s_W^2/n_l} < 0,2 s_R$ gilt. Es sollte beachtet werden, dass dieses Bezugsnormal im Allgemeinen nicht dasselbe Messnormal ist, wie das zur Beurteilung der Richtigkeit des Verfahrens verwendete. Darüber hinaus ist Δ_l generell nicht gleich B . Nach ISO Guide 33 [14] wird (mit geeigneter Anpassung der Symbole) angenommen, dass der Messprozess angemessen funktioniert, wenn gilt

$$|\Delta_l| < 2\sigma_D \quad (4)$$

σ_D in Gleichung (4) wird durch s_D geschätzt, das durch Gleichung (5) gegeben ist:

$$s_D^2 = s_L^2 + \frac{s_w^2}{n_l} \quad (5)$$

mit

n_l Anzahl der Wiederholungen durch Labor l ;

s_w Standardabweichung „innerhalb des Labors“ für die n_l Wiederholungen oder aus anderen Untersuchungen der Wiederholpräzision abgeleitet;

s_L Standardabweichung „zwischen den Labors“, abgeleitet aus dem Ringversuch.

Die Erfüllung des Kriteriums in Gleichung (4) wird als Bestätigung dafür angesehen, dass die Laborkomponente der systematischen Abweichung B innerhalb der Gesamtheit derjenigen Werte liegt, die im Ringversuch vertreten sind. Es sollte beachtet werden, dass hier das Referenzmaterial oder Bezugsnorm als ein unabhängiges Überprüfungs- oder Überwachungsmaterial verwendet wird, und nicht als ein Kalibriernorm.

ANMERKUNG 1 Ein Labor darf ein strengeres Kriterium als Gleichung (4) wählen, entweder durch Verwendung eines Faktors kleiner als zwei oder durch Anwendung eines alternativen und empfindlicheren Ermittlungsverfahrens für die systematische Abweichung.

ANMERKUNG 2 Dieses Verfahren unterstellt, dass die mit dem Referenzwert verbundene Unsicherheit klein ist im Vergleich zu σ_D .

6.2.2.3 Vergleich mit einem maßgeblichen Ermittlungsverfahren bekannter Unsicherheit

Ein Labor l sollte an einer geeignete Anzahl n_l von Untersuchungseinheiten Ermittlungen durchführen und dabei sowohl das vorgegebene Verfahren als auch das im Labor eingesetzte Verfahren anwenden, um n_l Wertepaare $(y_i, \hat{y}_i)$ zu erzeugen, in denen y_i das Ergebnis aus dem maßgeblichen Verfahren für Untersuchungseinheit i ist und $\hat{y}_i$ der aus dem Routineermittlungsverfahren erhaltene Wert für Untersuchungseinheit i ist. Das Labor sollte dann mit Gleichung (6) seinen arithmetischen Mittelwert $\bar{\Delta}_y$ der systematischen Abweichung und die Standardabweichung $s(\Delta_y)$ der Differenzen wie in Gleichung (7) berechnen.

$$\bar{\Delta}_y = \frac{1}{n_l} \sum_{i=1}^{n_l} (\hat{y}_i - y_i) \quad (6)$$

$$s(\Delta_y) = \sqrt{\frac{1}{n_l - 1} \sum_{i=1}^{n_l} (\Delta_{y_i} - \bar{\Delta}_y)^2} \quad (7)$$

mit $\Delta_{y_i} = \hat{y}_i - y_i$

Wenn möglich, sollte n_l so gewählt werden, dass für die Standardabweichung $\sqrt{s^2(\Delta_y)/n_l} < 0,2 s_R$ gilt. In Analogie zu den Gleichungen (4) und (5) wird angenommen, dass der Messprozess angemessen funktioniert, wenn $|\bar{\Delta}_y| < 2 s_D$ gilt, mit $s_D^2 = s_L^2 + s^2(\Delta_y)/n_l$. In diesem Fall wird Gleichung (3) ohne Änderung verwendet.

ANMERKUNG 1 Ein Labor darf ein strengeres Kriterium als $|\bar{A}_y| < 2 s_D$ verwenden, entweder durch Verwendung eines Erweiterungsfaktors kleiner als zwei oder durch Anwendung eines alternativen und empfindlicheren Ermittlungsverfahrens für die systematische Abweichung.

ANMERKUNG 2 Dieses Verfahren unterstellt, dass die mit dem Referenzverfahren verbundene Standardunsicherheit klein ist im Vergleich zu σ_D , und dass für die Abweichungen $\Delta_{y_i} = \hat{y}_i - y_i$ angenommen werden kann, dass sie aus einer Gesamtheit mit annähernd konstanter Varianz stammen.

6.2.2.4 Vergleich mit anderen Labors, die das gleiche Verfahren verwenden

Wenn ein Ermittlungslabor l an weiteren gemeinsamen Aufgaben teilnimmt (beispielsweise, an Eignungsprüfungen nach ISO/IEC 17043), bei denen es eine systematische Abweichung schätzt, dürfen diese Daten dazu verwendet werden, die Beherrschung der systematischen Abweichung zu verifizieren. Es gibt zwei mögliche Szenarien.

- Die Aufgabe geht einher mit der Ermittlung des Wertes eines Messnormalen oder Referenzmaterials, dessen Wert und Unsicherheit unabhängig zugeordnet wurden. Dann trifft das Verfahren aus 6.2.2.2 exakt zu.
- Der Vergleich erbringt $q (\geq 1)$ festgelegte Konsens-Werte $y_1, y_2, \dots, y_q$. Das Ermittlungslabor, dessen Ergebnisse durch $\hat{y}_1, \hat{y}_2, \dots, \hat{y}_q$ wiedergegeben seien, sollte dann seine mittlere systematische Abweichung $\bar{A}_y$ nach Gleichung (8) berechnen und die Standardabweichung $s(\Delta_y)$ bezüglich der Konsens-Mittelwerte wie in Gleichung (9).

$$\bar{A}_y = \frac{1}{q} \sum_{i=1}^q (\hat{y}_i - y_i) \quad (8)$$

$$s(\Delta_y) = \sqrt{\frac{1}{q-1} \sum_{i=1}^q (\Delta_{y_i} - \bar{A}_y)^2} \quad (9)$$

mit $\Delta_{y_i} = \hat{y}_i - y_i$.

Der Messprozess wird als angemessen funktionierend angesehen, wenn $|\bar{A}_y| < 2 s_D$ gilt,

mit $s_D^2 = s_L^2 + s^2(\Delta_y)/q$. In diesem Fall wird Gleichung (3) ohne Änderung verwendet.

ANMERKUNG 1 Dieses Verfahren unterstellt, dass der Konsens-Wert auf einer Anzahl von Ergebnissen beruht, die groß ist im Vergleich zu q und zu einer mit dem festgelegten Wert verbundenen vernachlässigbaren Unsicherheit führt, und dass von den Abweichungen Δ_{y_i} angenommen werden kann, dass sie aus einer Gesamtheit mit annähernd konstanter Varianz stammen.

ANMERKUNG 2 Bei manchen Eignungsuntersuchungen werden alle erhaltenen Ergebnisse mittels $z_i = (\hat{y}_i - y_i)/\sigma_0$ auf eine z -Skale umgerechnet, indem der festgelegte Wert y_i abgezogen und durch die Standardabweichung σ_0 der Eignungsprüfung (ISO/IEC 17043) geteilt wird. Wenn dies der Fall ist, und die Standardabweichung der Eignungsprüfung kleiner oder gleich s_R für das Verfahren ist, dann liefert eine mittlere z -Bewertungsziffer zwischen $\pm 2/\sqrt{q}$ für q festgelegte Werte ausreichend Nachweis für die Beherrschung der systematischen Abweichung. Sie ist leicht zu berechnen und weniger empfindlich gegenüber der Voraussetzung konstanter Varianz in Anmerkung 1. Es sollte aber beachtet werden, dass dies normalerweise ein strengeres Kriterium ist, als das in 6.2.2.4 beschriebene. Ein Labor darf ein strengeres Kriterium wählen (siehe Anmerkung 3), aber für die Beurteilung der Gleichwertigkeit ist die in 6.2.2.4 beschriebene Berechnung notwendig.

ANMERKUNG 3 Ein Labor darf ein strengeres Kriterium verwenden als das in 6.2.2.4 beschriebene.

6.2.3 Erkennen einer signifikanten Laborkomponente bei der systematischen Abweichung

Wie im Anwendungsbereich erwähnt, ist diese Internationale Norm nur anwendbar, wenn die Laborkomponente der systematischen Abweichung nachweislich beherrscht wird. Wenn eine übermäßige systematische Abweichung erkannt wird, wird vorausgesetzt, dass Maßnahmen ergriffen werden, um die systematische Abweichung in den erforderlichen Bereich zu bringen, bevor mit den Messungen fortgefahren wird. Solche Maßnahmen umfassen typischerweise Ermittlung und Eliminierung der Ursache der systematischen Abweichung.

6.3 Verifizieren der Wiederholpräzision

6.3.1 Das Ermittlungslabor l sollte zeigen, dass seine Wiederholpräzision mit der Wiederholstandardabweichung, die sich im Rahmen des Ringversuchs ergeben hat, vereinbar ist. Der Nachweis der Vereinbarkeit sollte durch wiederholte Untersuchung eines oder mehrerer geeigneter Prüfmateriale erreicht werden, um (falls nötig, durch Zusammenfassen der Ergebnisse) eine Wiederholstandardabweichung s_l mit ν_l Freiheitsgraden zu erhalten. Falls notwendig, sollten die Werte von s_l mit der aus dem Ringversuch abgeleiteten Wiederholstandardabweichung s_r mittels F -Tests auf dem Vertrauensniveau 95 % verglichen werden. Wenn machbar, sollten genügend Wiederholungen durchgeführt werden, damit $\nu_l \geq 15$ wird.

6.3.2 Wenn s_l signifikant größer ist als s_r , sollte das betreffende Labor entweder die Ursachen ermitteln und beseitigen oder s_l anstelle von s_r bei allen Schätzwerten für die Unsicherheit verwenden, die nach dieser Internationalen Norm berechnet werden. Es sollte besonders beachtet werden, dass dies eine Zunahme des geschätzten Wertes der Vergleichstandardabweichung s_R bedeutet, da $s_R = \sqrt{s_L^2 + s_r^2}$ durch $s'_R = \sqrt{s_L^2 + s_l^2}$ ersetzt wird, wobei s'_R der um den Laborschätzwert korrigierte Schätzwert der Vergleichstandardabweichung ist. Wenn umgekehrt s_l signifikant kleiner ist als s_r , dann darf das Labor auch s_l anstelle von s_r verwenden, was zu einem kleineren Schätzwert der Unsicherheit führt.

Bei allen Untersuchungen der Präzision ist es wichtig zu bestätigen, dass die Daten frei von unerwarteten Trends sind, und zu überprüfen, ob die Standardabweichung s_w für unterschiedliche Untersuchungseinheiten konstant ist. Wenn die Standardabweichung s_w nicht konstant ist, ist es angebracht, die Präzision für jede unterschiedliche Klasse von Einheiten getrennt zu bewerten, oder ein allgemeines Modell (so, wie in 7.5) für die Abhängigkeit aufzustellen.

ANMERKUNG Wenn für die Präzision ein bestimmter Wert gefordert wird, dann liefert ISO Guide 33 die Einzelheiten für einen statistischen Test, der auf $\chi^2_c = \left(\frac{s_w}{\sigma_{w0}} \right)^2$ beruht, wobei σ_{w0} auf den für die Präzision geforderten Wert gesetzt wird.

6.4 Fortlaufende Verifizierung der Leistungsfähigkeit

Zusätzlich zur vorläufigen Schätzung von systematischer Abweichung und Präzision sollte das Labor geeignete Maßnahmen ergreifen, um sicherzustellen, dass das Messverfahren statistisch beherrscht bleibt. Dazu gehört insbesondere das Folgende:

- angemessene Qualitätslenkung, einschließlich regelmäßiger Überprüfung von systematischer Abweichung und Präzision. Diese Überprüfungen dürfen jede relevante unveränderliche homogene Untersuchungseinheit bzw. entsprechendes Material verwenden. Die Verwendung von Qualitätsregelkarten wird nachdrücklich empfohlen (siehe Literaturhinweise [8] und [9]);
- Maßnahmen zur Qualitätssicherung, einschließlich des Einsatzes von entsprechend ausgebildetem und qualifiziertem Personal, das im Rahmen eines geeigneten Qualitätsmanagementsystems arbeitet.

ANMERKUNG Falls Qualitätsregelkarten eingesetzt werden, sollte die Standardabweichung für Beobachtungen zur Qualitätslenkung über einen gewissen Zeitraum normalerweise kleiner sein als der in 6.3.2 berechnete Wert von s'_R , wenn Präzision und systematische Abweichung angemessen beherrscht werden.

7 Den Untersuchungseinheiten Aussagekraft verleihen

7.1 Allgemeines

Bei einem Ringversuch oder bei einer Schätzung von Präzisionsmaßen unter Zwischenbedingungen gemäß ISO 5725-2:1994 und ISO 5725-3:1994 ist es üblich, Werte an homogenem Material oder an einer geringen Stückzahl von Untersuchungseinheiten zu messen. Es ist ebenfalls übliche Praxis, vorbereitete Materialien zu verteilen. Andererseits können Einheiten für Routine-Ermittlungen stark voneinander abweichen und vor der Ermittlung zusätzliche Aufbereitung erfordern. Beispielsweise werden Proben für Ermittlungen unter vorgeschriebenen Umweltbedingungen oft für die Zwecke des Ringversuchs getrocknet, fein pulverisiert und homogenisiert angeliefert. Routineproben dagegen sind nass, inhomogen und grob geteilt. Daher ist es notwendig, diese Unterschiede zu untersuchen und ihnen erforderlichenfalls Rechnung zu tragen.

7.2 Probenahme

7.2.1 Einbeziehung des Prozesses der Probenahme

Ringversuche enthalten selten die Probenahme. Wenn das innerbetrieblich verwendete Verfahren die Teilprobenahme umfasst, oder das routinemäßig eingesetzte Verfahren eine Massengut-Eigenschaft anhand einer kleinen Probe schätzt, dann sollten die Effekte der Probenahme untersucht werden. Es mag hilfreich sein, auf Unterlagen zur Probenahme Bezug zu nehmen, wie etwa auf ISO 11648-1, oder für spezielle Zwecke auf andere Normen.

7.2.2 Inhomogenität

Inhomogenität wird üblicherweise experimentell mithilfe von Homogenitätsanalysen untersucht, die einen Schätzwert für die Varianz liefern können, normalerweise aus einer Varianzanalyse (en: analysis of variance, ANOVA) der Ergebnisse der Wiederholungen von Messungen an verschiedenen Untersuchungseinheiten, in denen die mit der Inhomogenität der Probe verbundene Komponente der Varianz s_{inh}^2 für den Effekt der Inhomogenität steht. Wenn festgestellt wird, dass für die Ermittlung verwendetes Material (auch nach einer vorgeschriebenen Homogenisierung) merklich inhomogen ist, sollte dieser Schätzwert der Varianz direkt in eine Standardunsicherheit (d. h. $u_{inh} = s_{inh}$) überführt werden. In manchen Fällen, insbesondere, wenn die an einer Probe von Q Untersuchungseinheiten aus einem größeren Los gefundene Standardabweichung der Inhomogenität und der arithmetische Mittelwert auf andere Einheiten des Loses angewendet werden sollen, beruht der Beitrag zur Unsicherheit auf dem Vorhersage-Intervall (d. h. $u_{inh} = s_{inh} \sqrt{(Q+1)/Q}$). Es ist auch möglich, die Effekte der Inhomogenität unter Verwendung von Wissen über den Prozess der Probenahme und mithilfe geeigneter Annahmen bezüglich der Probenverteilung theoretisch zu schätzen.

7.3 Probenaufbereitung und Vorbehandlung

Bei den meisten Untersuchungen werden die Proben vor der Verteilung homogenisiert und ggf. zusätzlich stabilisiert. Es kann sich als notwendig erweisen, die Effekte der besonderen innerbetrieblich verwendeten Vorbehandlungsverfahren zu untersuchen und zu berücksichtigen. Normalerweise ermitteln solche Untersuchungen die Auswirkung des Verfahrens auf das Messergebnis durch Analyse von Materialien mit annähernd oder exakt festgeschriebenen Eigenschaften. Die Auswirkung kann eine Änderung im Streuverhalten sein oder ein systematischer Effekt. Signifikanten Änderungen der Streuung sollte durch Hinzufügen einer geeigneten Größe zur Unsicherheitsbilanz Rechnung getragen werden (unterstellt, der Effekt vergrößert die Streuung). Wenn ein systematischer Effekt gefunden wird, ist es am günstigsten, eine obere Grenze für diesen Effekt festzulegen. Den Empfehlungen im GUM folgend, darf dies mit einem Grenzwert einer Rechteckverteilung oder einer anderen geeigneten endlichen symmetrischen Verteilung und mit einer Standardunsicherheit geschehen, die durch Division der halben Weite der Verteilung durch den geeigneten Faktor geschätzt wird.

7.4 Änderungen bei der Art der Untersuchungseinheit

Die Unsicherheit, die auf Änderungen bei Art oder Zusammenstellung der Untersuchungseinheiten gegenüber den im Ringversuch verwendeten beruht, sollte, wenn nötig, untersucht werden. Normalerweise sollten solche Effekte entweder auf der Basis bekannter Effekte des Massenguts vorhersehbar sein (die dann unter Verwendung des Ansatzes im GUM zu geschätzten Unsicherheiten führen) oder durch systematische oder zufällige Änderung der Art oder der Zusammenstellung der Untersuchungseinheit untersucht werden (siehe Anhang B).

7.5 Streuung der Unsicherheit mit dem Niveau der Messgröße

7.5.1 Korrigieren von s_R

Normalerweise zeigt sich, dass einige oder mehrere Beiträge zur Unsicherheit einer gegebenen Messung vom Wert der Messgröße abhängig sind. ISO 5725-2:1994 betrachtet drei einfache Fälle, in denen die Vergleichstandardabweichung für einen bestimmten positiven Wert m durch eines der folgenden Modelle annähernd beschrieben wird

$$\hat{s}_R = bm \quad (10)$$

$$\hat{s}_R = a + bm \quad (11)$$

$$\hat{s}_R = cm^d \quad (12)$$

mit

$\hat{s}_R$ aus dem Näherungsmodell berechnete korrigierte Vergleichstandardabweichung;

a , b , c und d empirische Koeffizienten, abgeleitet aus seiner Untersuchung mit fünf oder mehr verschiedenen Untersuchungseinheiten mit unterschiedlichen Erwartungswerten m der Messergebnisse (a , b und c sind positiv).

Wenn eine der Gleichungen (10) bis (12) zutrifft, sollte die Unsicherheit auf einem Schätzwert der Vergleichspräzision unter Verwendung des passenden Modells aufbauen.

Wenn die Vorbedingungen von 6.3 zutreffen, sollte $\hat{s}_R$ auch den geänderten Beitrag des für die Wiederholpräzision stehenden Terms s_r widerspiegeln. Für die meisten Zwecke sollte eine einfache proportionale Änderung von $\hat{s}_R$ ausreichend sein, d. h.

$$s'_R = (a + bm) \frac{\sqrt{s_L^2 + s_l^2}}{\sqrt{s_L^2 + s_w^2}} \quad (13)$$

worin s'_R die gleiche Bedeutung hat wie in 6.3.

7.5.2 Änderungen bei anderen Beiträgen zur Unsicherheit

Wenn sich irgendein Beitrag zur Unsicherheit mit dem gemessenen Wert der Messgröße in vorhersagbarer Art und Weise ändert, sollte im Allgemeinen die betreffende Standardunsicherheit von y entsprechend korrigiert werden.

ANMERKUNG Wenn viele Beiträge zur Unsicherheit genau proportional zu y sind, ist es oft angebracht, alle signifikanten Effekte in Form multiplikativer Effekte auf y auszudrücken und alle Unsicherheiten in der Form relativer Standardabweichungen.

8 Zusätzliche Faktoren

Abschnitt 7 betrachtet die wichtigsten Faktoren, die sich zwischen Ringversuchen und Routineermittlungen voraussichtlich ändern können. Es ist möglich, dass sich andere Effekte bei bestimmten Vorgängen auswirken, entweder weil die steuernden Variablen während der gemeinsam durchgeführten Aufgabe zufällig oder absichtlich konstant waren, oder weil der volle Bereich der in der täglichen Praxis auftretenden Bedingungen bei der Auswahl für den Ringversuch nicht angemessen abgedeckt war.

Die Effekte der Faktoren, die im Ringversuch konstant gehalten werden oder nur ungenügend variieren, sollten getrennt geschätzt werden, entweder durch experimentelles Variieren oder durch Vorhersage auf der Basis anerkannter Theorie. Wenn diese Effekte nicht vernachlässigt werden können, sollte die mit solchen Faktoren verbundene Unsicherheit geschätzt, aufgezeichnet und mit anderen Beiträgen auf die übliche Art und Weise zusammengefasst werden [d. h. nach dem Summationsprinzip in Gleichung (3)].

9 Allgemeiner Ausdruck für die kombinierte Standardunsicherheit

Gleichung (3) führt unter Berücksichtigung der Notwendigkeit, den korrigierten Schätzwert $\hat{s}_R^2$ anstelle von s_R^2 zu verwenden, um den in Abschnitt 7 diskutierten Faktoren Rechnung tragen zu können, zu dem allgemeinen Ausdruck in Gleichung (14) zur Schätzung der mit einem Ergebnis y verbundenen kombinierten Standardunsicherheit $u(y)$:

$$u^2(y) = \hat{s}_R^2 + u^2(\hat{\delta}) + \sum_{i=1}^{n'} [c_i^2 u^2(x_i)] \quad (14)$$

worin $u(\hat{\delta})$ so berechnet wird, wie in Gleichung (15) festgelegt; siehe auch Gleichung (A.8):

$$u(\hat{\delta}) = \sqrt{s_{\hat{\delta}}^2 + u^2(\hat{\mu})} = \sqrt{\frac{s_R^2 - (1 - 1/n)s_r^2}{p} + u^2(\hat{\mu})} \quad (15)$$

mit

- p Anzahl der Labors;
- n Anzahl der Wiederholungen in jedem Labor;
- $u(\hat{\mu})$ mit dem anerkannten Wert $\hat{\mu}$ verbundene Unsicherheit, die zur Schätzung der systematischen Abweichung im Ringversuch verwendet wird.

Die Variable $u(B)$ tritt in Gleichung (14) nicht auf, da die mit B verbundene Unsicherheit s_L bereits enthalten ist in $\hat{s}_R^2$. Der Index i steht für die in Abschnitt 7 und 8 genannten Effekte (unterstellt, dass diese Indizes haben, die fortlaufend von 1 bis n' laufen). Natürlich dürfen alle Effekte und Unsicherheiten, die im Vergleich zu s_R klein sind, für die meisten praktischen Zwecke vernachlässigt werden. Beispielsweise führen Unsicherheiten kleiner als $0,2 s_R$ zu Änderungen von weniger als $0,02 s_R$ beim Gesamtschätzwert der Unsicherheit.

ANMERKUNG Wenn, wie in der Anmerkung zu 7.5.2 empfohlen, alle Beiträge zur Unsicherheit in Form von relativen Standardabweichungen oder von Prozentsätzen angegeben werden, können die Gleichungen (14) und (15) auf die relativen Werte direkt angewendet werden, und die resultierende Unsicherheit $u(y)$ ergibt sich in Form einer relativen Standardabweichung oder eines Prozentsatzes.

10 Auf Ringversuchsdaten beruhende Unsicherheitsbilanzen

Diese Internationale Norm geht im Wesentlichen von nur einem Modell für die Ergebnisse einer Messung oder einer Ermittlung aus, nämlich dem in Gleichung (3) genannten. Der notwendige Nachweis, anhaltendes Vertrauen in das Modell zu belegen, vermag aus einer Vielzahl von Quellen kommen; nur wenn die mit den Ermittlungen einhergehenden Unsicherheiten geringfügig sind, wird Gleichung (3) verwendet. Es gibt aber einige abweichende Situationen, für die sich Gleichung (3) leicht ändert, insbesondere, wenn die Terme für Vergleichpräzision oder Wiederholpräzision vom Niveau der Messgröße abhängen. Für den Fall, dass die Unsicherheit über dem interessierenden Bereich vom Niveau der Messgröße im Wesentlichen unabhängig ist, ist die Unsicherheitsbilanz in Tabelle 1 zusammengestellt, und für den Fall, dass die Unsicherheit vom Niveau der Messgröße abhängt, in Tabelle 2.

Tabelle 1 — Vom Niveau der Messgröße unabhängige Beiträge zur Unsicherheit

Effekt	Mit y verbundene Standardunsicherheit ^a	Kommentar
δ	$u(\hat{\delta})$	Nur enthalten, wenn der Ringversuch eine Korrektur hinsichtlich der systematischen Abweichung einschließt und die Unsicherheit nicht vernachlässigbar ist.
B	s_L	Siehe Tabelle 2.
e	s_r	Wenn in der Praxis ein mittlerer Wert von n_r vollständigen Wiederholungen des Verfahrens ^b an einer Untersuchungseinheit verwendet wird, ergibt sich die mit e verbundene Unsicherheit zu $\hat{s}_r / \sqrt{n_r}$
x_i	$ c_i u(x_i)$	Siehe Abschnitt 7 und Anhang B.
^a Diese Standardunsicherheiten haben dieselben Maßeinheiten wie y . Sie dürfen auch in relativer Form angegeben werden (siehe Anmerkung zu Abschnitt 9). ^b Das Verfahren selbst kann Wiederholung vorschreiben; n_r bezieht sich auf die Wiederholung des gesamten Verfahrens einschließlich aller solcher Wiederholungen.		

Tabelle 2 — Vom Niveau der Messgröße abhängige Beiträge zur Unsicherheit

Effekt	Mit y verbundene Standardunsicherheit ^{a,b}	Kommentar
δ	$\left \frac{\partial y}{\partial \hat{\delta}} \right u(\hat{\delta})$	Nur enthalten, wenn der Ringversuch eine Korrektur hinsichtlich der systematischen Abweichung einschließt und die Unsicherheit nicht vernachlässigbar ist. (Der Differentialquotient ist hinzugefügt, um Fälle abzudecken, in denen die Korrektur nicht aus einer einfachen Addition oder Subtraktion besteht.)
B	$\hat{s}_L = a_L + b_L m$	a_L und b_L sind die Koeffizienten einer unterstellten linearen Beziehung zwischen s_L und dem Erwartungswert m der Messergebnisse, entsprechend Gleichung (11). Diese Form ist nur anwendbar, wenn die Abhängigkeit von s_L von m eingeführt worden ist. Wenn dies nicht geschehen ist, wird der kombinierte, mit B und e verbundene Schätzwert aus Tabelle 1 verwendet.
e	$\hat{s}_r = a_r + b_r m$	a_r und b_r sind die Koeffizienten einer angenommenen linearen Beziehung zwischen s_r und dem Erwartungswert m der Messergebnisse, entsprechend Gleichung (11). Wenn in der Praxis ein mittlerer Wert von n_r vollständigen Wiederholungen des Verfahrens ^c an einer Untersuchungseinheit verwendet wird, ergibt sich die mit e verbundene Unsicherheit zu $\hat{s}_r / \sqrt{n_r}$. Diese Form ist nur anwendbar, wenn die Abhängigkeit von s_r von m eingeführt worden ist. Wenn dies nicht geschehen ist, wird der kombinierte, mit B und e verbundene Schätzwert aus Tabelle 1 verwendet.
B, e	$\hat{s}_R = bm$ oder $\hat{s}_R = a + bm$ oder $\hat{s}_R = cm^d$	a und b sind die Koeffizienten der entsprechend Gleichungen (10), (11) oder (12) geeignet festgelegten Beziehung zwischen s_R und dem Erwartungswert m der Messergebnisse. Dieser kombinierte Schätzwert sollte <i>anstelle</i> der mit B und e verbundenen separaten Schätzwerte verwendet werden (siehe Tabelle 1), wenn die separaten Abhängigkeiten von s_L und s_r von m nicht eingeführt worden sind.
x_i	$ c_i u(x_i)$	Siehe Abschnitt 7 und Anhang B.
^a Diese Standardunsicherheiten haben dieselben Maßeinheiten wie y . Sie dürfen auch in relativer Form angegeben werden (siehe Anmerkung zu Abschnitt 9). ^b Das Folgende geht von einer linearen Abhängigkeit in der Form von Gleichung (11) aus. ^c Das Verfahren selbst kann Wiederholung vorschreiben; n_r bezieht sich auf die Wiederholung des gesamten Verfahrens einschließlich aller solcher Wiederholungen.		

11 Bestimmung der Unsicherheit für ein kombiniertes Ergebnis

11.1 Ein „kombiniertes Ergebnis“ Y ist aus den Ergebnissen y_i einer Anzahl von verschiedenen Ermittlungen gebildet, von denen jede durch einen Ringversuch festgelegt ist. Beispielsweise würde eine Ermittlung von „Fleischgehalt“ normalerweise den Eiweißgehalt, der aus einer Stickstoffbestimmung berechnet wird, mit dem Fett- und Feuchtigkeitsgehalt kombinieren, von denen jeder nach anderen Standardverfahren bestimmt wird.

11.2 Unsicherheiten $u(y_i)$ für jedes beitragende Ergebnis y_i dürften durch Anwendung der in dieser Internationalen Norm spezifizierten Verfahren erhalten werden, oder, je nach Situation, direkt durch Verwendung von Gleichung (A.1) oder (A.2). Wenn, wie es oft der Fall ist, die Eingabewerte y_i voneinander unabhängig sind, ist die kombinierte Unsicherheit $u(Y)$ für das Ergebnis $Y = g(y_1, y_2, \dots)$ durch Gleichung (16) gegeben.

$$u(Y) = \sqrt{\sum_i [c_i u(y_i)]^2} \quad (16)$$

Wenn die Ergebnisse y_i nicht voneinander unabhängig sind, sollte solcher Zusammenhang durch Bezug auf dem GUM [der Gleichung (A.2) verwendet] angemessen berücksichtigt werden

12 Darstellung von Informationen über Unsicherheit

12.1 Allgemeine Darstellung

Unsicherheiten dürfen als Standardunsicherheiten $u(y)$ oder als erweiterte Unsicherheiten $U(y) = k u(y)$ ausgedrückt werden, wobei k ein Erweiterungsfaktor ist (siehe 12.2), der den Grundsätzen des GUM folgt. Es vermag auch zweckmäßig sein, Unsicherheiten als relative Terme anzugeben, beispielsweise als einen Variationskoeffizienten oder als eine erweiterte Unsicherheit in Prozent des berichteten Ergebnisses.

12.2 Wahl des Erweiterungsfaktors

12.2.1 Allgemeines

Beim Schätzen einer kombinierten erweiterten Unsicherheit sind die folgenden Überlegungen für die Wahl des Erweiterungsfaktors k von Bedeutung.

12.2.2 Gewünschtes Vertrauensniveau

Für die meisten praktischen Zwecke sollten kombinierte erweiterte Unsicherheiten so angegeben werden, dass sie ungefähr einem Vertrauensniveau von 95 % entsprechen. Allerdings wird die Wahl des Vertrauensniveaus durch eine Reihe von Faktoren beeinflusst, zu denen die Kritizität der Anwendung und die Folgen fehlerhafter Ergebnisse gehören. Diesen Faktoren sollte, zusammen mit allen Richtlinien oder gesetzlichen Anforderungen an die Anwendung, bei der Wahl von k die notwendige Aufmerksamkeit geschenkt werden.

12.2.3 Mit dem Schätzwert verbundene Anzahl der Freiheitsgrade

12.2.3.1 Für die meisten praktischen Zwecke, für die zirka 95 % Vertrauen gefordert wird und die Anzahl der Freiheitsgrade in den dominierenden Beiträgen zur Unsicherheit groß ist (> 10), bietet die Wahl von $k = 2$ eine hinreichend verlässliche Angabe für den voraussichtlichen Bereich der Werte. Dennoch gibt es Situationen, in denen dies zu signifikanten Unterschätzungen führen könnte, insbesondere, wenn ein oder mehrere Terme in Gleichung (14) mit weniger als sieben Freiheitsgraden geschätzt werden.

12.2.3.2 Wenn ein (einziger) solcher Term $u_i(y)$ mit ν_i Freiheitsgraden dominant ist [ein darauf hinweisendes Niveau ist $u_i(y) \geq 0,7 u(y)$], reicht es normalerweise aus, die tatsächlichen zu $u(y)$ gehörenden Freiheitsgrade ν_{eff} als ν_i zu wählen.

12.2.3.3 Wenn mehrere signifikante Terme annähernd gleicher Größe sind und alle eine begrenzte Anzahl von Freiheitsgraden haben (d. h. $\nu_i \ll 10$), wird die Welch-Satterthwaite-Gleichung [Gleichung (17)] verwendet, um die tatsächlichen Freiheitsgrade ν_{eff} zu erhalten.

$$\frac{u^4(y)}{\nu_{\text{eff}}} = \sum_{i=1}^N \frac{u_i^4(y)}{\nu_i} \quad (17)$$

Der Wert von k wird dann, ausgehend von ν_{eff} , durch Verwendung des geeigneten zweiseitigen t -Werts der t -Verteilung (Student-Verteilung) mit ν_{eff} Freiheitsgraden zu dem geforderten Vertrauensniveau bestimmt. Es ist normalerweise am sichersten, nicht-ganzzahlige Werte von ν_{eff} auf den nächsten ganzzahligen Wert abzurunden.

ANMERKUNG Auf vielen Gebieten des Messens und Ermittels ist die Häufigkeit von statistischen Ausreißern im Vergleich zu dem, was unter einer Normalverteilung erwartet würde, hinreichend groß, um äußerste Vorsicht bei der Extrapolation auf hohe Vertrauensniveaus (> 95 %) ohne gute Kenntnis der betreffenden Verteilung zu rechtfertigen.

13 Vergleich von Kennzahlen für die Verfahrensleistung mit Unsicherheitsdaten

13.1 Grundlegende Annahmen für den Vergleich

Die Bestimmung der Messunsicherheit nach dieser Internationalen Norm liefert eine Standardunsicherheit, die, während sie in erster Linie auf Schätzwerten für Vergleichpräzision oder Präzision unter Zwischenbedingungen beruht, dennoch Faktoren angemessen berücksichtigt, die sich während der Untersuchung, auf der diese Schätzwerte der Präzision beruhen, nicht ändern. Im Prinzip sollte die resultierende Standardunsicherheit $u(y)$ identisch sein mit derjenigen, die mithilfe eines detaillierten mathematischen Modells des Messprozesses gebildet wird. Ein Vergleich der beiden eigenständigen Schätzwerte, sofern vorhanden, stellt einen sinnvollen Test der Verlässlichkeit beider Schätzwerte dar. Das Testverfahren in 13.2 wird empfohlen.

Es sollte jedoch beachtet werden, dass das Verfahren auf zwei wichtigen Annahmen beruht.

- Erstens, obwohl eine Standardunsicherheit $u(y)$ mit ν_{eff} Freiheitsgraden geschätzt wird, folgt sie der üblichen Verteilung für eine Standardabweichung s mit $n - 1$ Freiheitsgraden [d. h. $(n - 1)(s^2/\sigma^2)$ ist χ^2 -verteilt mit $n - 1$ Freiheitsgraden]. Diese Annahme erlaubt die Anwendung eines gewöhnlichen F -Tests. Dennoch sollte der Test, da kombinierte Unsicherheiten weitere Unsicherheiten, die Terme von einer Vielzahl von Verteilungen enthalten können, sowie auch Terme mit unterschiedlicher Varianz, als lediglich hinweisend interpretiert und das zugehörige Vertrauensniveau mit gebührender Vorsicht betrachtet werden.
- Zweitens, die zwei zu vergleichenden Schätzwerte der Unsicherheit sind voneinander vollständig unabhängig. Das ist in der Praxis eher unwahrscheinlich, da einige Faktoren beiden Schätzwerten gemein sein können. (Ein subtilerer Effekt ist die Tendenz, von bekannten Unterschieden in der Leistungsfähigkeit der Labors beeinflusst zu werden; es wird unterstellt, dass ausreichend Sorge getragen wird, diesen Effekt zu vermeiden.) Wenn signifikante Faktoren zwei Schätzwerten der Unsicherheit gemein sind, werden die beiden Schätzwerte deutlich öfter einander ähnlich sein, als es der Zufall allein vorschreiben würde. In solchen Fällen, in denen der folgende Test keinen signifikanten Unterschied erkennen lassen würde, sollte das Ergebnis nicht als strenger Nachweis für die Verlässlichkeit des Messmodells angesehen werden.