

DIN ISO 5725-2

ICS 03.120.30; 17.020

Einsprüche bis 2020-11-11
Vorgesehen als Ersatz für
DIN ISO 5725-2:2002-12

Entwurf

**Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und
Messergebnissen –
Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und
Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens
(ISO 5725-2:2019);
Text Deutsch und Englisch**

Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results –
Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard
measurement method (ISO 5725-2:2019);
Text in German and English

Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure –
Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité
d'une méthode de mesure normalisée (ISO 5725-2:2019);
Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-09-11 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 nqsz@din.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 DIN-Normenausschuss Qualitätsmanagement, Statistik und Zertifizierungsgrundlagen (NQSZ), 10772 Berlin oder Saatwinkler Damm 42/43, 13627 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 155 Seiten

DIN-Normenausschuss Qualitätsmanagement, Statistik und Zertifizierungsgrundlagen (NQSZ)
DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Anwendungsbeginn

Anwendungsbeginn dieser Norm ist [JJJJ]-MM-TT].

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort	6
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	7
Vorwort	8
Einleitung	9
1 Anwendungsbereich	10
2 Normative Verweisungen	10
3 Begriffe	11
4 Symbole	11
5 Schätzwerte der Parameter im grundlegenden Modell	13
6 Anforderungen an ein Genauigkeitsexperiment	14
6.1 Layout des Experiments	14
6.2 Rekrutierung der Labore	15
6.3 Vorbereitung des Materials	15
7 An einem Genauigkeitsexperiment beteiligtes Personal	16
7.1 Prüfergruppe	16
7.2 Statistische Funktionen	17
7.3 Exekutive Funktionen	17
7.4 Versuchsleiter	18
7.5 Bediener	19
8 Statistische Analyse des Genauigkeitsexperiments	19
8.1 Vorbemerkungen	19
8.2 Tabellierung der Ergebnisse und verwendete Bezeichnung	20
8.2.1 Zellen	20
8.2.2 Redundante Daten	20
8.2.3 Fehlende Daten	20
8.2.4 Ausreißer	20
8.2.5 Labore mit Ausreißern	20
8.2.6 Fehlerhafte Daten	20
8.2.7 Prüfergebnisse symmetrischer einheitlicher Experimente	21
8.2.8 Zusammenstellung der Daten und Zwischenwerte	21
8.2.9 Ursprüngliche Prüfergebnisse	21
8.2.10 Zellenmittelwerte (Formular B in Bild 2)	21
8.2.11 Messwerte des Zell-Spreads (Formular C aus Bild 2)	21
8.2.12 Korrigierte oder abgelehnte Daten	22
8.3 Untersuchung der Ergebnisse auf Konsistenz und Ausreißer	22
8.3.1 Ansätze für die Untersuchung von Daten	22
8.3.2 Grafisches Konsistenzverfahren	22
8.3.3 Numerisches Ausreißerverfahren	25
8.3.4 Cochran-Prüfung	26
8.3.5 Grubbs-Prüfungen	28
8.3.6 Wiederholte Prüfung für Mittelwert- und Datenpunktausreißer	30
8.3.7 Alternative Ausreißer-Prüfung und Prüfverfahren	30
8.4 Berechnung des allgemeinen Mittelwerts und der Varianzen	30
8.4.1 Analyseverfahren	30
8.4.2 Ausgangsdaten	30
8.4.3 Nichtleere Zellen	31
8.4.4 Berechnung des allgemeinen Mittelwerts $\bar{m}$	31
8.4.5 Berechnung von Varianzen	31
8.4.6 Alternative Berechnungsverfahren für Varianzen	32

8.4.7	Abhängigkeit der Varianzen von m	32
8.5	Erstellen einer funktionalen Beziehung zwischen Genauigkeitswerten s und dem Mittelwertbereich m	33
8.5.1	Wahl der funktionalen Beziehung	33
8.5.2	Anpassungsbeziehungen I und II	34
8.5.3	Anpassung der Beziehung III	35
8.5.4	Anpassung der Beziehung IV	36
8.6	Statistische Analyse als schrittweises Verfahren	38
8.7	Bericht an die Prüfergruppe und von der Prüfergruppe zu treffende Entscheidungen	40
8.7.1	Bericht des Statistikexperten	40
8.7.2	Von der Prüfergruppe zu treffende Entscheidungen	43
8.7.3	Vollständiger Bericht	44
9	Statistische Tabellen	44
Anhang A (informativ)	Anzahl der für eine Genauigkeitsschätzung erforderlichen Labore	50
Anhang B (informativ)	Alternative Berechnungen der Varianzkomponenten	53
B.1	Berechnung aus einer Tabelle der Einwegvarianzanalyse	53
B.2	Berechnung der eingeschränkten maximalen Wahrscheinlichkeit (REML)	53
Anhang C (informativ)	Beispiele der statistischen Analyse von Genauigkeitsexperimenten	55
C.1	Beispiel 1: Bestimmung des Schwefelgehalts von Kohle (mehrere Bereiche mit fehlenden oder Ausreißerdaten)	55
C.1.1	Hintergrund	55
C.1.2	Ursprüngliche Daten	55
C.1.3	Berechnung der Zellenmittelwerte, $\bar{y}_{ij}$	56
C.1.4	Berechnung von Standardabweichungen, s_{ij}	56
C.1.5	Untersuchung auf Konsistenz und Ausreißer	56
C.1.6	Berechnung von $\hat{m}_j$, s_{Rj} und s_{Rj}	62
C.1.7	Abhängigkeit der Genauigkeit von m	63
C.1.8	Schlussfolgerungen	63
C.1.9	Alternative Berechnung	64
C.2	Beispiel 2: Erweichungstemperatur von Pech (mehrere Bereiche mit fehlenden Daten)	64
C.2.1	Hintergrund	64
C.2.2	Ursprüngliche Daten	64
C.2.3	Zellenmittelwerte	65
C.2.4	Absolute Differenzen innerhalb der Zellen	68
C.2.5	Untersuchung auf Konsistenz und Ausreißer	69
C.2.6	Berechnung von $\hat{m}_j$, s_{Rj} und s_{Rj}	69
C.2.7	Abhängigkeit der Genauigkeit von m	70
C.2.8	Zusammenfassung	70
C.2.9	Alternative Berechnung	70
C.3	Beispiel 3: Thermometrische Titration von Teeröl (mehrere Bereiche mit Ausreißerdaten)	71
C.3.1	Hintergrund	71
C.3.2	Ursprüngliche Daten	71
C.3.3	Zellenmittelwerte	71
C.3.4	Absolute Differenzen innerhalb der Zellen	73
C.3.5	Untersuchung auf Konsistenz und Ausreißer	73
C.3.6	Berechnung von $\hat{m}_j$, s_{Rj} und s_{Rj}	76
C.3.7	Abhängigkeit der Genauigkeit von m	76
C.3.8	Alternative Berechnung	77
Anhang D (informativ)	Berechnung kritischer Werte und Indikatoren	79
D.1	Berechnung kritischer Werte für die Cochran-Prüfung	79
D.2	Berechnung kritischer Werte für die Grubbs-Prüfung	79
D.2.1	Ein festgestellter Ausreißer	79
D.2.2	Zwei festgestellte Ausreißer	80
D.3	Berechnung der Indikatoren für die Mandel'schen h - und k -Statistiken	80
D.3.1	Mandel'sche h -Statistik	80
D.3.2	Mandel'sche k -Statistik	81

Literaturhinweise	82
-----------------------------	----

Bilder

Bild 1 — Eintragungsfragebogen für laborübergreifende Studien	16
Bild 2 — Empfohlene Formulare für die Zusammenstellung von Ergebnissen zur Analyse	24
Bild 3 — Flussdiagramm der Hauptschritte der statistischen Analyse	43
Bild A.1 — Menge, um die s_r erwartungsgemäß von dem wahren Wert innerhalb eines Wahrscheinlichkeitsniveaus von 95 % abweichen wird	51
Bild A.2 — Menge, um die s_R erwartungsgemäß von dem wahren Wert innerhalb einer Wahrscheinlichkeit von 95 % abweichen wird	52
Bild C.1 — Schwefelgehalt von Kohle, Probe 1	58
Bild C.2 — Schwefelgehalt von Kohle, Probe 2	59
Bild C.3 — Schwefelgehalt von Kohle, Probe 3	60
Bild C.4 — Schwefelgehalt von Kohle, Probe 4	61
Bild C.5 — Erweichungstemperatur von Pech — Zellenmittelwerte	67
Bild C.6 — Erweichungstemperatur von Pech — Absolute Differenzen innerhalb der Zellen	68
Bild C.7 — Titration von Teeröl — Mandel'sche Statistik der Konsistenz zwischen Laboren, h , gruppiert nach Laboren	74
Bild C.8 — Titration von Teeröl — Mandel'sche Statistik der Konsistenz innerhalb eines Labors, h , gruppiert nach Laboren	75
Bild C.9 — Plot von s_{rj} und s_{Rj} gegen $\hat{m}_j$ die Daten aus Tabelle C.18, der die funktionale Beziehungen I-IV aus 8.5 angepasst an diese Daten darstellt	78

Tabellen

Tabelle 1 — Beziehung I, $s = bm$	37
Tabelle 2 — Beziehung II, $s = a + bm$	37
Tabelle 3 — Beziehung III, $s^2 = a_v^2 + (b_v m)^2$	38
Tabelle 4 — Beziehung IV, $\lg s = c + d \lg m$	38
Tabelle 5 — Kritische Werte für die Cochran-Prüfung	44
Tabelle 6 — Kritische Werte für die Grubbs-Prüfung	45
Tabelle 7 — Indikatoren für die Mandel'schen h - und k -Statistiken bei 1 % Signifikanzniveau	47
Tabelle 8 — Indikatoren für die Mandel'schen h - und k -Statistiken bei 5 % Signifikanzniveau	48
Tabelle A.1 — Werte der Schätzwertunsicherheit der Wiederhol- und Vergleichstandardabweichungen	51
Tabelle B.1 — Layout einer üblichen Einweg-ANOVA-Tabelle	53
Tabelle C.1 — Ursprüngliche Daten — Schwefelgehalt von Kohle (Massefraktion, %)	56
Tabelle C.2 — Zellenmittelwerte — Schwefelgehalt von Kohle (Massefraktion, %)	57
Tabelle C.3 — Standardabweichungen — Schwefelgehalt von Kohle (Massefraktion, %)	57
Tabelle C.4 — Anwendung der Grubbs-Prüfung auf Zellenmittelwerte	61
Tabelle C.5 — Berechnete Werte von $\hat{m}_j$, s_{rj} und s_{Rj} für den Schwefelgehalt von Kohle	63
Tabelle C.6 — REML-Schätzwerte von $\hat{m}_j$, s_{rj} und s_{Rj} für den Schwefelgehalt von Kohle	64
Tabelle C.7 — REML-Schätzwerte von $\hat{m}_j$, s_{rj} und s_{Rj} für den Schwefelgehalt von Kohle	65
Tabelle C.8 — Zellenmittelwerte — Erweichungstemperatur von Pech (°C)	66
Tabelle C.9 — Absolute Differenzen innerhalb der Zellen — Erweichungstemperatur von Pech (°C)	67
Tabelle C.10 — Werte der Cochran-Prüfgröße, C	68
Tabelle C.11 — Anwendung der Grubbs-Prüfung auf Zellenmittelwerte	69
Tabelle C.12 — Berechnete Werte von $\hat{m}_j$, s_{rj} und s_{Rj} für die Erweichungstemperatur von Pech	70
Tabelle C.13 — REML-Schätzwerte von $\hat{m}_j$, s_{rj} und s_{Rj} für die Erweichungstemperatur von Pech	71
Tabelle C.14 — Ursprüngliche Daten — Thermometrische Titration von Teeröl	72
Tabelle C.15 — Zellenmittelwerte — Thermometrische Titration von Teeröl	72

Tabelle C.16 — Zellenbereiche — Thermometrische Titration von Teeröl	72
Tabelle C.17 — Anwendung der Grubbs-Prüfung auf Zellenmittelwerte	75
Tabelle C.18 — Berechnete Werte von $\hat{m}_j$, s_{Rj} und s_{Rj} für die thermometrische Titration von Teeröl	76
Tabelle C.19 — REML-Schätzwerte von $\hat{m}_j$, s_{Rj} und s_{Rj} für die thermometrische Titration von Teeröl	77
Tabelle D.1 — Koeffizienten für die kritischen Werte der Grubbs-Prüfung	80

Nationales Vorwort

Dieses Dokument enthält die Übersetzung der Internationalen Norm ISO 5725-2:2019, die im Technischen Komitee ISO/TC 69 „Applications of statistical methods“ erarbeitet wurde, dessen Sekretariat von ANSI (Vereinigte Staaten von Amerika) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 147-00-02 AA „Angewandte Statistik“ im DIN-Normenausschuss Qualitätsmanagement, Statistik und Zertifizierungsgrundlagen (NQSZ).

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 3534-1	siehe	DIN ISO 3534-1
ISO 3534-2	siehe	DIN ISO 3534-2
ISO 5725-1	siehe	DIN ISO 5725-1
ISO 5725-3	siehe	DIN ISO 5725-3
ISO 5725-5	siehe	DIN ISO 5725-5
ISO 5725-6	siehe	DIN ISO 5725-6

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

Änderungen

Gegenüber DIN ISO 5727-2:2002-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) es ist zulässig, alternative genaue Untersuchungen und Prüfungen zur Erkennung von Ausreißern anzuwenden, solange die Leistung vergleichbar ist;
- b) es ist zulässig, verfügbare moderne statistische Verfahren zur Berechnung der relevanten Genauigkeits- und Richtigkeitseigenschaften anzuwenden;
- c) eine Anleitung zur Anzahl der erforderlichen Labore für eine Genauigkeitsstudie wurde eingefügt;
- d) Informationen zur Berechnung kritischer Werte wurden eingefügt.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

DIN ISO 3534-2, *Statistik — Begriffe und Formelzeichen — Teil 2: Angewandte Statistik*

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

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

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*

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. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO und IEC sind 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 69, *Applications of statistical methods*, Unterkomitee SC 6, *Measurement methods and results* erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 5725-2:1994), die technisch überarbeitet wurde. It also incorporates the Technical Corrigendum ISO 5725-2:1994/Cor 1:2002.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- es ist zulässig, alternative genaue Untersuchungen und Prüfungen zur Erkennung von Ausreißern anzuwenden, solange die Leistung vergleichbar ist;
- es ist zulässig, verfügbare moderne statistische Verfahren zur Berechnung der relevanten Genauigkeits- und Richtigkeitseigenschaften anzuwenden;
- eine Anleitung zur Anzahl der erforderlichen Labore für eine Genauigkeitsstudie wurde eingefügt;
- Informationen zur Berechnung kritischer Werte wurden eingefügt.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 5725 kann auf der ISO-Internetseite abgerufen werden.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Einleitung

ISO 5725 verwendet die Begriffe „Richtigkeit“ und „Genauigkeit“ zur Beschreibung der Genauigkeit eines Messverfahrens. „Richtigkeit“ bezieht sich auf den Grad der Übereinstimmung zwischen dem arithmetischen Mittelwert einer großen Anzahl von Prüfergebnissen und dem wahren oder akzeptierten Bezugswert. „Genauigkeit“ bezieht sich auf den Grad der Übereinstimmung zwischen Prüfergebnissen.

Allgemeine Erwägungen zu diesen Größenwerten sind in ISO 5725-1 enthalten und werden daher nicht in diesem Dokument wiederholt. ISO 5725-1 sollte in Verbindung mit allen anderen Teilen von ISO 5725 einschließlich des vorliegenden Teils gelesen werden, weil dieser Teil die zugrundeliegenden Definitionen und allgemeinen Grundsätze enthält.

Dieses Dokument befasst sich ausschließlich mit der Einschätzung der Wiederholstandardabweichung und der Vergleichstandardabweichung auf der Grundlage eines laborübergreifenden Konzepts, bei dem jedes Labor eine Reihe unabhängiger Messungen derselben Probe unter Wiederholbedingungen durchführt. Es bestehen andere Konzepte (wie etwa geschachtelte, faktorielle oder Split-Level-Experimente), die für die Schätzung der Genauigkeit angewendet werden können. Diese Konzepte werden nicht in diesem Dokument behandelt, sondern sind vielmehr Gegenstand anderer Teile von ISO 5725. Darüber hinaus betrachtet dieses Dokument keine anderen Genauigkeitsmesswerte zwischen den beiden Hauptmesswerten. Diese werden in ISO 5725-3 behandelt.

Die aus einem zur Schätzung der Genauigkeit durchgeführten Experiment erhaltenen Daten werden unter bestimmten Umständen auch zur Schätzung der Richtigkeit verwendet und können zur Bewertung der Messunsicherheit genutzt werden. Die Schätzung der Richtigkeit wird in diesem Dokument nicht behandelt. Alle Aspekte der Schätzung der Richtigkeit werden in ISO 5725-4 behandelt. Die Bewertung der Messunsicherheit unter Verwendung laborübergreifender Schätzungen der Richtigkeit und Genauigkeit ist Gegenstand von ISO 21748.

Anhang C enthält praktische Beispiele zur Schätzung der Genauigkeit von Messverfahren durch Experimente. Die enthaltenen Arbeitsbeispiele zeigen symmetrische einheitliche Reihen von Prüfergebnissen, auch wenn in einem Beispiel eine variable Anzahl von Replikaten pro Zelle angegeben wurde (unsymmetrisches Konzept) und in einem anderen einige Daten fehlten. Dies liegt daran, dass sich ein als symmetrisch konzipiertes Experiment als unsymmetrisch erweisen kann. Nachzügler und Ausreißer werden ebenfalls berücksichtigt.

1 Anwendungsbereich

1.1 Dieses Dokument

- unterstreicht die allgemeinen Grundsätze für die Gestaltung von Experimenten zur numerischen Schätzung der Genauigkeit von Messverfahren durch kollaborative laborübergreifende Experimente;
- bietet eine ausführliche praktische Beschreibung des grundlegenden Verfahrens der routinemäßigen Anwendung in der Schätzung der Genauigkeit von Messverfahren;
- bietet eine Anleitung für alle mit der Gestaltung und Durchführung der Prüfungen zur Schätzung der Genauigkeit oder Analyse ihrer Ergebnisse befassten Personen.

ANMERKUNG Änderungen dieses grundlegenden Verfahrens für bestimmte Zwecke werden in anderen Teilen von ISO 5725 behandelt.

1.2 Das Dokument behandelt ausschließlich Messverfahren, die Messungen auf einer kontinuierlichen Skala erzielen und einen einzigen Wert als Prüfergebnis ergeben, auch wenn dieser einzelne Wert das Ergebnis der Berechnung aus einer Reihe von Beobachtungen sein kann.

1.3 Das Dokument geht davon aus, dass bei der Gestaltung und Durchführung des Genauigkeitsexperiments alle in ISO 5725-1 festgelegten Grundsätze beachtet werden. Das grundlegende Verfahren verwendet die gleiche Anzahl an Prüfergebnissen in jedem Labor und jedes Labor analysiert die gleichen Mengen an Prüfproben, d. h. in einem symmetrischen Experiment auf einheitlicher Ebene. Das grundlegende Verfahren gilt für Verfahren, die genormt sind und regulär in einer Reihe von Laboren angewendet werden.

1.4 Das statistische Modell nach ISO 5725-1:1994, Abschnitt 5, wird als geeignete Grundlage für die Auswertung und Analyse der Prüfergebnisse, deren Verteilung ungefähr normal ist, akzeptiert.

1.5 Das in diesem Dokument beschriebene grundlegende Verfahren schätzt (üblicherweise) die Genauigkeit eines Messverfahrens:

- a) wenn die Wiederhol- und Vergleichstandardabweichungen nach ISO 5725-1: bestimmt werden müssen;
- b) wenn die zu verwendenden Materialien homogen sind oder die Einflüsse der Heterogenität in die Genauigkeitswerte eingebunden werden können und
- c) wenn die Anwendung symmetrischer einheitlicher Ebenen akzeptabel ist.

1.6 Der gleiche Ansatz kann angewendet werden, um eine vorläufige Schätzung der Genauigkeit für Messverfahren vorzunehmen, die noch nicht genormt sind oder regelmäßig angewendet werden.

2 Normative Verweisungen

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

ISO 3534-1, *Statistics — Vocabulary and symbols — Part 1: Probability and general statistical terms*

ISO 3534-2, *Statistics — Vocabulary and symbols — Part 2: Applied statistics*

ISO 3534-3, *Statistics — Vocabulary and symbols — Part 3: Design of experiments*

ISO 5725-1, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 3534-1, ISO 3534-2, ISO 3534-3 und ISO 5725-1

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/>

4 Symbole

α	Wahrscheinlichkeit in Verbindung mit einem kritischen Wert einer Prüfgröße, auch bezeichnet als Signifikanzbereich
a	Schnittpunkt in der Beziehung $s = a + bm$
a_v	Schnittpunktparameter in der Beziehung $s_j^2 = a_v^2 + (b_v m)^2$
A	Faktor zur Berechnung der Unsicherheit einer Beziehung
b	Steigung in der Beziehung $s = a + bm$
b_v	Steigungsparameter in der Beziehung $s_j^2 = a_v^2 + (b_v m)^2$
B	Laboranteil der systematischen Abweichungskomponente unter Wiederholbedingungen
c	Schnittpunkt in der Beziehung $\lg s = c + d \lg m$
C, C', C''	Prüfgröße
$C_{\text{crit}}, C'_{\text{crit}}, C''_{\text{crit}}$	Kritische Werte für statistische Prüfungen
d	Steigung in der Beziehung $\lg s = c + d \lg m$
e	Komponente in einem Prüfergebnis, die für die zufällige Messabweichung in jedem Prüfergebnis steht
G	Grubbs-Prüfgröße
h	Mandel-Berechnung der Konsistenzstatistik zwischen Laboren
k	Mandel-Berechnung der laborinternen Konsistenzstatistik
$L(\theta)$	Log-Wahrscheinlichkeit für Varianzkomponenten θ
m	Allgemeiner Mittelwert der Prüfeigenschaft; Niveau
$\hat{m}$	Schätzung des allgemeinen Mittelwerts der Prüfeigenschaft
$\mathbf{M}$	In der REML-Schätzung verwendete Umwandlungsmatrix
N	Anzahl der Wiederholungen

n	Anzahl der in einem Labor in einem Bereich (d. h. pro Zelle) erzielten Prüfergebnisse
n_j	Gesamtzahl der im Bereich j des laborübergreifenden Experiments erzielten Prüfergebnisse
p	Anzahl der an dem laborübergreifenden Experiment teilnehmenden Labore
P	Wahrscheinlichkeit
q	Anzahl der Bereiche der Prüfeigenschaft in dem laborübergreifenden Experiment
r	Wiederholgrenze
R	Vergleichgrenze
s	Schätzwert der Standardabweichung
$\hat{s}$	Vorhergesagte Standardabweichung
T	Gesamtwert oder Summe eines Ausdrucks
t	Anzahl der Prüfobjekte oder Gruppen
$\mathbf{V}(\boldsymbol{\theta})$	in der REML-Schätzung angewendete Kovarianz-Matrix
W	Zur Berechnung einer gewichteten Regression angewendeter Gewichtungsfaktor
w	Zur Berechnung eines gewichteten Mittelwerts verwendeter Gewichtungsfaktor
x	Für den Grubbs-Test verwendetes Datum
$\mathbf{X}$	Gestaltungsmatrix für REML-Schätzungen
y	Prüfergebnis
$\bar{y}$	Gesamtmittelwert der Prüfergebnisse
$\mathbf{Y}$	Vektor aller Beobachtungen in einem Bereich j
$\boldsymbol{\theta}$	Vektor der in der REML-Schätzung verwendeten Varianzkomponenten
μ	Wahrer Wert oder akzeptierter Bezugswert einer Prüfeigenschaft
σ	Wahrer Wert einer Standardabweichung

Indizes

i	Bezeichner eines bestimmten Labors, Index für die Summierung (Anhang A)
j	Bezeichner eines bestimmten Bereichs, Index für die Summierung (Anhang A)
k	Bezeichner für ein bestimmtes Prüfergebnis in einem Labor i im Bereich j
L	Zwischen Laboren (laborübergreifend)
P	Wahrscheinlichkeit

r	Wiederholpräzision
R	Vergleichpräzision,
REML	Schätzwert aus einer Berechnung der eingeschränkten maximalen Wahrscheinlichkeit
v	In der Berechnung einer Beziehung zwischen dem Mittelwert und der kombinierten Varianz verwendete Ausdrücke (siehe 8.5.1.3, Beziehung III)
W	Innerhalb des Labors (laborintern)
1, 2, 3, ...	Prüfergebnisse werden in der Reihenfolge, in der sie erhalten werden, nummeriert; in anderen Fällen (Labore) werden beliebige Bezeichner verwendet
(1), (2), (3), ...]	Für Prüfergebnisse, (1), (2) ... wird die Bezeichnung der Statistik 1., 2. ... usw. Ordnung verwendet, d. h. 1., 2.... usw. Wert nummeriert in aufsteigender Größenreihenfolge

5 Schätzwerte der Parameter im grundlegenden Modell

5.1 Die in diesem Dokument beschriebenen Verfahren basieren auf dem statistischen Modell nach Abschnitt 5 in ISO 5725-1:1994 und der Ausarbeitung in ISO 5725-1:1994, 1.2. Diese Verfahren basieren insbesondere auf den Gleichungen (2) bis (6) in ISO 5725-1:1994, Abschnitt 5.

Das Modell ist

$$y = m + B + e$$

wo für das jeweilige geprüfte Material

m der allgemeine Mittelwert (Erwartung) ist;

B die Laborkomponente der systematischen und Wiederholbarkeitsbedingungen ist;

e der bei jeder Messung unter Wiederholbarkeitsbedingungen auftretende zufällige Fehler ist.

ANMERKUNG der Laboranteil der systematischen Abweichungskomponente B repräsentiert die Abweichung eines Labormittelwerts von dem allgemeinen Mittelwert m .

5.2 ISO 5725-1:1994, die Gleichungen (2) bis (6) werden als Ausdrücke der wahren Standardabweichungen der betrachteten Populationen ausgedrückt. In der Praxis sind die exakten Werte dieser Standardabweichungen nicht bekannt und Schätzungen der Genauigkeitswerte müssen aus einer relativ kleinen Probe aller möglichen Laboratorien und innerhalb dieser Laboratorien aus einer kleinen Probe aller möglichen Prüfergebnisse vorgenommen werden.

5.3 Wenn in der statistischen Praxis der wahre Wert einer Standardabweichung σ nicht bekannt ist und durch einen Schätzwert ersetzt wird, wird das Symbol σ durch s ersetzt, um darauf hinzuweisen, dass es sich um eine Schätzung handelt. Dies erfolgt in jeder der Gleichungen (2) bis (6) in ISO 5725-1:1994. Hieraus ergibt sich Folgendes:

— s_L^2 ist der Schätzwert der Varianz zwischen Laboren;

— s_W^2 ist der Schätzwert der Varianz innerhalb eines Labors;

— s_r^2 ist der arithmetische Mittelwert von s_W^2 und der Schätzwert der Varianz der Wiederholpräzision; dieser arithmetische Mittelwert wird über alle Labore genommen, die an dem Genauigkeitsexperiment teilnehmen und nach Ausschluss der Ausreißer übrigbleiben;

— s_R^2 ist der Schätzwert der Varianz der Vergleichpräzision.

$$s_R^2 = s_L^2 + s_r^2 \quad (1)$$

6 Anforderungen an ein Genauigkeitsexperiment

6.1 Layout des Experiments

6.1.1 In dem für das grundlegende Verfahren verwendeten Layout werden Proben aus q Materialchargen genommen, die q verschiedene Bereiche der Prüfung repräsentieren, an p Labore gesendet, die genau n Replikate-Prüfergebnisse unter Wiederholbedingungen in jedem der q Bereiche erzielen. Diese Art von Experiment wird als symmetrisches einheitliches Experiment bezeichnet.

6.1.2 Die Durchführung dieser Messungen muss wie folgt organisiert und die Anweisungen müssen folgendermaßen ausgegeben werden.

- a) Jede Vorprüfung der Geräte muss den Festlegungen des Normverfahrens entsprechen.
- b) Jede Gruppe von n Messungen, die zu einem Bereich gehört, muss unter Wiederholbedingungen durchgeführt werden, d. h. innerhalb eines kurzen Zeitintervalls durch denselben Bediener und ohne zwischenzeitliche Rekalibrierung, außer wenn dies integraler Bestandteil des Messvorgangs ist.
- c) Es ist wichtig, eine Gruppe von n Prüfungen unter Wiederholbedingungen so durchzuführen, als handle es sich um n Prüfungen verschiedener Materialien. Der Bediener weiß jedoch grundsätzlich, dass er identisches Material prüft. In der Anleitung sollte jedoch betont werden, dass der Gesamtzweck des Experiments darin besteht, festzustellen, welche Unterschiede zwischen den Ergebnissen bei der tatsächlichen Prüfung auftreten können. Wenn zu befürchten ist, dass trotz dieses Warnhinweises vorherige Ergebnisse anschließende Prüfergebnisse und somit die Varianz der Wiederholpräzision beeinflussen können, sollte erwogen werden, n separate Proben aus jedem der q Bereiche zu nehmen und so zu codieren, dass der Bediener nicht weiß, welches die Replikate für einen gegebenen Bereich sind. Bei einem solchen Verfahren kann es jedoch schwierig sein, die zwischen den Replikaten anzuwendenden Wiederholbedingungen sicherzustellen. Dies ist nur möglich, wenn die Messungen so geartet sind, dass alle qn Messungen innerhalb eines kurzen Zeitintervalls durchgeführt werden können.
- d) Es ist nicht wesentlich, dass alle q Gruppen von n Messungen streng innerhalb eines kurzen Zeitintervalls durchgeführt werden. Verschiedene Messgruppen können an verschiedenen Tagen durchgeführt werden.
- e) Messungen aller q Bereiche müssen durch denselben Bediener ausgeführt werden. Zusätzlich müssen die n Messungen eines gegebenen Bereichs durchgängig mit denselben Geräten durchgeführt werden.
- f) Sollte ein Bediener im Verlauf der Messungen nicht mehr verfügbar sein, darf ein anderer Bediener die Messungen abschließen, sofern der Wechsel nicht innerhalb einer Gruppe von n Messungen in einem Bereich, sondern nur zwischen zwei der q Gruppen stattfindet. Jede solche Änderung muss zusammen mit den Ergebnissen angegeben werden.
- g) Ein Zeitlimit für die Durchführung aller Messungen muss festgelegt werden. Dies kann erforderlich sein, um den zulässigen Zeitraum zwischen dem Tag des Empfangs der Proben und dem Tag der Messungen zu begrenzen.
- h) Alle Proben müssen eindeutig mit dem Namen des Experiments und einer Probenkennzeichnung beschriftet werden.

6.1.3 In 6.1.2 und an anderen Stellen in diesem Dokument wird auf den Bediener verwiesen. Für einige Messungen kann es sich hierbei in der Tat um ein Team von Bedienern handeln, in dem jeder Bediener einen bestimmten Teil des Verfahrens ausführt. In diesem Fall muss das Team als „der Bediener“ und jede Veränderung im Team als Bereitstellung eines anderen „Bedieners“ betrachtet werden.

6.1.4 In der kommerziellen Praxis können die Prüfergebnisse relativ grob gerundet werden, doch in einem Genauigkeitsexperiment müssen Prüfergebnisse auf mindestens eine Stelle mehr als in dem Normverfahren festgelegt genau angegeben werden. Wenn das Verfahren nicht die Anzahl der Stellen festlegt, darf die Rundung nicht grober sein als die Hälfte des Schätzwerts der Wiederholstandardabweichung. Wenn die Genauigkeit von dem Bereich m abhängt, können verschiedene Rundungsgrade für verschiedene Bereiche erforderlich sein.

6.2 Rekrutierung der Labore

6.2.1 Die allgemeinen Grundsätze der Rekrutierung der Labore für die Teilnahme an einem laborübergreifenden Experiment sind in ISO 5725-1 angegeben. Eine Anleitung zur Anzahl der Labore ist in Anhang A angegeben. Bei der Eintragung der Zusammenarbeit müssen die erforderliche Anzahl der Labore und ihre Verantwortungsbereiche angegeben werden. Bild 1 zeigt ein Beispiel für einen geeigneten Eintragungsfragebogen.

6.2.2 Für die Zwecke dieses Dokuments gilt ein „Labor“ als eine Kombination des Bedieners, des Geräts und des Prüforts. Ein Prüfort (oder ein Labor im herkömmlichen Sinne) kann daher mehrere „Labore“ erzeugen, wenn es mehrere Bediener mit eigenen Geräten und Orten für die Durchführung der Arbeit bereitstellen kann.

6.3 Vorbereitung des Materials

6.3.1 ISO 5725-1 enthält eine Erörterung der bei der Auswahl der Materialien für ein Genauigkeitsexperiment zu berücksichtigenden Punkte.

6.3.2 Bei der Entscheidung über die bereitzustellenden Mengen muss eine ausreichende zusätzliche Menge eingerechnet werden, um versehentliches Verschütten oder Fehler bei der Ermittlung einiger Prüfergebnisse, die zusätzliches Material erfordern können, einzurechnen. Die vorbereitete Materialmenge muss ausreichend sein, um das Experiment abzudecken und einen angemessenen Vorrat vorzuhalten.

6.3.3 Es sollte überlegt werden, ob es für einige Labore wünschenswert ist, einige Vorprüfergebnisse zu bestimmen, um sich mit dem Messverfahren vertraut zu machen, bevor die offiziellen Prüfergebnisse ermittelt werden und, wenn ja, ob zusätzliches Material (keine Proben für das Genauigkeitsexperiment) für diesen Zweck bereitgestellt werden sollte.

6.3.4 Wenn ein Material homogenisiert werden muss, muss dies in der am besten für das Material geeigneten Weise erfolgen. Wenn das zu prüfende Material nicht homogen ist, ist es wichtig, die Proben in der in dem Verfahren festgelegten Weise vorzubereiten, vorzugsweise beginnend mit einer Charge des handelsüblichen Materials für jeden Bereich. Im Fall instabiler Materialien sind besondere Anweisungen für die Lagerung und Behandlung erforderlich.

ANMERKUNG ISO Guide 35 enthält Informationen zur Bewertung der Homogenität und Stabilität von Referenzmaterialien.

6.3.5 Für die Proben in jedem Bereich müssen n separate Behälter für jedes Labor verwendet werden, wenn die Gefahr besteht, dass Materialien beschädigt werden, sobald der Behälter geöffnet wurde (z. B. durch Oxidation, den Verlust flüchtiger Bestandteile oder hygroskopisches Material). Im Fall instabiler Materialien sind besondere Anweisungen für die Lagerung und Behandlung erforderlich. Vorsichtsmaßnahmen können erforderlich sein, um sicherzustellen, dass Proben bis zum Zeitpunkt der Messung identisch bleiben. Wenn das zu messende Material aus einer Mischung aus Pulvern mit unterschiedlicher Dichte oder Korngröße besteht, ist ein gewisses Maß an Vorsicht geboten, da Segregation durch Schütteln beispielsweise während des Transports entstehen kann. Wenn eine Reaktion mit der Atmosphäre zu erwarten ist, dürfen die Proben in entweder luftleeren oder mit einem Inertgas gefüllten Ampullen versiegelt werden. Bei verderblichen Materialien wie etwa Lebensmittel- oder Blutproben kann es erforderlich sein, diese in tiefgefrorenem Zustand an die teilnehmenden Labore und mit genauen Anweisungen zum Auftauverfahren zu senden.

Fragebogen für laborübergreifende Studien	
Titel des Messverfahrens (Kopie im Anhang)	
1. Unser Labor ist bereit, an dem Genauigkeitsexperiment für dieses Standardmessverfahren teilzunehmen	
JA ☐ NEIN ☐ (Zutreffendes ankreuzen)	
2. Als Teilnehmer haben wir zur Kenntnis genommen, dass:	
a) alle wesentlichen Apparate, Chemikalien und anderen in dem Verfahren angegebenen Anforderungen in unserem Labor verfügbar sein müssen, wenn das Programm beginnt;	
b) festgelegte „zeitliche“ Anforderungen wie Beginndatum, Reihenfolge der Prüfkörper und Enddatum des Programms unbedingt eingehalten werden müssen;	
c) das Verfahren streng eingehalten werden muss;	
d) Proben entsprechend den Anweisungen behandelt werden müssen;	
e) die Messungen von einem qualifizierten Bediener durchgeführt werden müssen.	
Nach Prüfung des Verfahrens und angemessener Bewertung unserer Kapazitäten und Einrichtungen sind wir der Ansicht, dass wir ausreichend für die kooperative Prüfung dieses Verfahrens vorbereitet sind.	
3. <u>Kommentare</u>	
(Unterschrift)	
(Firma oder Labor)	

Bild 1 — Eintragungsfragebogen für laborübergreifende Studien

7 An einem Genauigkeitsexperiment beteiligtes Personal

ANMERKUNG Es wird nicht erwartet, dass die Betriebsverfahren in verschiedenen Laboren identisch sind. Der Inhalt dieses Abschnitts dient daher lediglich als Leitfaden, der nach Bedarf an die jeweilige Situation angepasst werden muss.

7.1 Prüfergruppe

7.1.1 Das Genauigkeitsexperiment sollte von einer Prüfergruppe beaufsichtigt werden, die aus mit dem Messverfahren und seiner Anwendung vertrauten Experten bestehen sollte.

7.1.2 Die Aufgaben der Prüfergruppe bestehen darin:

- a) das Genauigkeitsexperiment zu planen und zu koordinieren;
- b) über die Anzahl der Labore, Bereiche und vorzunehmenden Messungen sowie die erforderliche Anzahl der signifikanten Stellen zu entscheiden;
- c) eine Person für die statistischen Funktionen zu ernennen (siehe 7.2);

- d) eine Person für die exekutiven Funktionen zu ernennen (siehe 7.3);
- e) die den Laborleitern zusätzlich zu dem Normmessverfahren zu erteilenden Anweisungen zu erwägen;
- f) zu entscheiden, ob einigen Bedienern erlaubt werden soll, einige inoffizielle Messungen durchzuführen, um sich nach einem langen Intervall wieder mit dem Verfahren vertraut zu machen (solche Messungen dürfen niemals an den offiziellen kollaborativen Proben vorgenommen werden);
- g) den statistischen Analysebericht nach Abschluss der Analyse der Prüfergebnisse zu besprechen;
- h) die endgültigen Werte der Wiederholstandardabweichung und der Vergleichstandardabweichung festzulegen;
- i) zu entscheiden, ob weitere Maßnahmen erforderlich sind, um die Norm für das Messverfahren oder im Hinblick auf die Labore, deren Prüfergebnisse als Ausreißer abgelehnt wurden, zu verbessern.

7.2 Statistische Funktionen

Mindestens ein Mitglied der Prüfergruppe sollte Erfahrung in der statistischen Gestaltung und Analyse von Experimenten haben. Seine Aufgaben bestehen darin:

- a) seine Fachkenntnisse zu der Gestaltung des Experiments beizutragen;
- b) die Daten zu analysieren;
- c) einen Bericht zur Vorlage an die Prüfergruppe entsprechend den in 8.7 enthaltenen Anweisungen zu verfassen.

7.3 Exekutive Funktionen

7.3.1 Die tatsächliche Organisation des Experiments sollte einem einzigen Labor anvertraut werden. Ein Mitglied des Personals dieses Labors sollte die vollständige Verantwortung übernehmen. Dieses Mitglied wird als Leiter bezeichnet und von der Prüfergruppe ernannt.

7.3.2 Die Aufgaben des Leiters bestehen darin:

- a) die erforderliche Anzahl der Labore in die Zusammenarbeit aufzunehmen und sicherzustellen, dass Versuchsleiter ernannt werden;
- b) die Vorbereitung der Materialien und Proben sowie den Versand der Proben zu organisieren und zu beaufsichtigen; für jeden Bereich sollte eine ausreichende Materialmenge als Reservevorrat vorgehalten werden;
- c) Anweisungen zu allen Punkten in 6.1.2 a) bis h) zu entwerfen und diese frühzeitig genug an alle Versuchsleiter zu verteilen, damit diese Kommentare, oder Fragen übermitteln können und um sicherzustellen, dass Bediener ausgewählt werden, die auch üblicherweise im normalen Betrieb diese Messungen durchführen;
- d) geeignete Formulare zu gestalten, die der Bediener als Arbeitsbericht und der Versuchsleiter zur Meldung der Prüfergebnisse mit der erforderlichen Anzahl an Dezimalstellen (oder signifikanten Stellen, falls erforderlich) nutzen kann. Diese Formulare können den Namen des Bedieners, das Datum des Erhalts und der Messung der Proben, die verwendeten Geräte und alle anderen relevanten Informationen enthalten;
- e) alle Anfragen von Laboren hinsichtlich der Durchführung der Messungen zu bearbeiten;
- f) dafür Sorge zu tragen, dass ein allgemeiner Zeitplan eingehalten wird;
- g) die Datenformulare zu sammeln und dem Statistikexperten vorzulegen.

ANMERKUNG Die in 7.3.2 d) genannten Formulare können elektronisch sein, wie etwa ein Spreadsheet, das ausreichend gegen versehentliche Manipulation geschützt ist.

7.4 Versuchsleiter

7.4.1 Einem Mitglied des Personals jedes teilnehmenden Labors sollte die Verantwortung für die tatsächliche Durchführung der Messungen unter Beachtung der von dem Leiter erhaltenen Anweisungen und für die Meldung der Prüfergebnisse übertragen werden.

7.4.2 Die Aufgaben des Versuchsleiters bestehen darin:

- a) sicherzustellen, dass Bediener ausgewählt werden, die solche Messungen auch im normalen Betrieb üblicherweise durchführen;
- b) die Proben entsprechend den Anweisungen des Leiters an den/die Bediener auszugeben (und gegebenenfalls Material für Eingewöhnungsexperimente bereitzustellen);
- c) die Ausführung der Messungen zu beaufsichtigen (der Versuchsleiter darf nicht an der Durchführung der Messungen teilnehmen);
- d) sicherzustellen, dass die Bediener die erforderliche Anzahl an Messungen durchführen;
- e) die Einhaltung des Zeitplans für die Durchführung der Messungen sicherzustellen;
- f) die aufgezeichneten Prüfergebnisse mit der vereinbarten Anzahl der Dezimalstellen (oder signifikanten Stellen) einschließlich aller Unregelmäßigkeiten und festgestellten Probleme sowie der Kommentare der Bediener zu erfassen.

7.4.3 Der Versuchsleiter jedes Labors sollte einen vollständigen Bericht verfassen, der die folgenden Informationen enthalten sollte:

- a) die Prüfergebnisse, lesbar eingetragen durch den Urheber in den bereitgestellten Formularen, nicht abgeschrieben oder getippt (Computer- oder Prüfmaschinenausgaben können alternativ akzeptabel sein);
- b) die originalen festgestellten Werte oder Messwerte (sofern zutreffend), auf deren Grundlage die Prüfergebnisse abgeleitet wurden, lesbar eingetragen durch den Urheber in den bereitgestellten Formularen, nicht abgeschrieben oder getippt;
- c) Kommentare der Bediener zur Norm für das Messverfahren;
- d) Informationen zu Unregelmäßigkeiten oder Störungen, die während der Messungen aufgetreten sein können, einschließlich aller Wechsel des Bedieners, zusammen mit einer Erklärung, welche Messungen von welchem Bediener durchgeführt wurden, und Begründungen fehlender Ergebnisse;
- e) Datum/Daten, zu dem/denen die Proben erhalten wurden;
- f) Datum/Daten, zu dem/denen jede Probe gemessen wurde;
- g) Informationen zu verwendeten Geräten, sofern relevant;
- h) alle anderen relevanten Informationen.

ANMERKUNG Die in 7.4.3 a) und b) genannten Ausgaben und Formulare können elektronisch sein, wie etwa ein Spreadsheet, das ausreichend gegen versehentliche Manipulation geschützt ist.

7.5 Bediener

7.5.1 Die Messungen müssen in jedem Labor durch einen als für die Bediener, die die Messungen wahrscheinlich im normalen Betrieb ausführen, repräsentativ ausgewählten Bediener durchgeführt werden.

7.5.2 Da der Zweck des Experiments darin besteht, die durch die allgemeine Population der mit dem Normmessverfahren arbeitenden Bediener erreichbare Genauigkeit zu bestimmen, sollten die Bediener keine Erweiterung der Norm für das Messverfahren erhalten. Die Bediener sollten jedoch darauf hingewiesen werden, dass der Zweck der Übung darin besteht, den Umfang zu bestimmen, in dem die Ergebnisse in der Praxis variieren können, sodass die Versuchung reduziert wird, Ergebnisse, die ihrer Ansicht nach inkonsistent sind, auszusortieren oder nachzubessern.

7.5.3 Auch wenn Bediener üblicherweise keine zusätzlichen Verstärkungen des Normmessverfahrens erhalten, sollten sie ermutigt werden, die Norm zu kommentieren und insbesondere anzugeben, ob die darin enthaltenen Anweisungen ausreichend eindeutig und klar sind.

7.5.4 Die Aufgaben der Bediener bestehen darin:

- a) die Messungen in Übereinstimmung mit dem Normmessverfahren durchzuführen;
- b) alle festgestellten Unregelmäßigkeiten oder Probleme zu melden; es ist besser einen Fehler zu melden, als die Prüfergebnisse anzupassen, weil ein oder zwei fehlende Prüfergebnisse das Experiment nicht beeinträchtigen und viele fehlende Prüfergebnisse auf einen Mangel in der Norm hindeuten;
- c) die Eignung der Anweisungen in der Norm zu kommentieren; Bediener sollten alle Situationen melden, in denen sie nicht in der Lage waren, ihre Anweisungen zu befolgen, da auch dies auf einen Mangel in der Norm hinweisen kann.

8 Statistische Analyse des Genauigkeitsexperiments

8.1 Vorbemerkungen

8.1.1 Die Analyse der Daten, die als von einem Statistikexperten zu lösendes Problem betrachtet werden sollten, umfasst drei sukzessive Phasen:

- a) eine kritische Prüfung der Daten, um Ausreißer und andere Unregelmäßigkeiten zu identifizieren und zu behandeln und die Eignung des Modells zu prüfen;
- b) die Berechnung der separaten vorläufigen Genauigkeits- und Mittelwerte für jeden Bereich;
- c) die Bildung der endgültigen Genauigkeits- und Mittelwerte, einschließlich der Bildung eines Verhältnisses zwischen Genauigkeit und der Ebene m , wenn die Analyse darauf hindeutet, dass ein solches Verhältnis bestehen kann.

8.1.2 Die Analyse berechnet für jeden Bereich separat die Schätzwerte

- der Wiederholpräzisionsvarianz, s_r^2
- der Varianz zwischen Laboren, s_L^2
- der Vergleichpräzisionsvarianz, s_R^2
- des Mittelwerts, m .

ANMERKUNG Die Analyse umfasst eine systematische Anwendung der statistischen Prüfungen für Ausreißer, die in großer Vielfalt in der Literatur verfügbar sind und für die Zwecke dieses Dokuments angewendet werden können. Aus

praktischen Gründen wurde, wie in 8.3 erläutert, nur eine begrenzte Anzahl dieser Prüfungen in dieses Dokument aufgenommen.

8.2 Tabellierung der Ergebnisse und verwendete Bezeichnung

8.2.1 Zellen

Jede Kombination aus einem Labor und einer Ebene wird als Zelle des Genauigkeitsexperiments bezeichnet. Im Idealfall bestehen die Ergebnisse eines Experiments mit p Laboren und q Bereichen aus einer Tabelle mit pq Zellen, die jeweils n Replikatprüfungsergebnisse enthalten, die alle zur Berechnung der Wiederholstandardabweichung und der Vergleichstandardabweichung verwendet werden können. Diese ideale Situation wird jedoch in der Praxis nicht immer erreicht. Abweichungen treten durch redundante Daten, fehlende Daten und Ausreißer auf.

8.2.2 Redundante Daten

Manchmal kann ein Labor mehr Messungen durchführen und mehr als die offiziell festgelegten n Prüfergebnisse angeben. In diesem Fall muss der Versuchsleiter den Grund hierfür erklären und angeben, welches die korrekten Prüfergebnisse sind. Wenn alle Ergebnisse gleichermaßen gültig sind, darf eine zufällige Auswahl aus den verfügbaren Prüfergebnissen getroffen werden, um die geplante Anzahl an Prüfergebnissen für die Analyse auszuwählen.

ANMERKUNG Die Berechnungen der Genauigkeitsausdrücke, die in diesem Dokument erlaubt sind, können unterschiedliche Anzahlen an Prüfergebnissen in jeder Zelle aufnehmen (siehe 8.2.7). Erhebliche Schwankungen der Anzahl der gemeldeten Beobachtungen können die Auswertung der Ausreißerprüfungen und Mandel-Statistiken erheblich beeinträchtigen und die Zuverlässigkeit des Gesamtmittelwerts reduzieren.

8.2.3 Fehlende Daten

In anderen Fällen können einige der Prüfergebnisse fehlen, beispielsweise aufgrund des Verlusts einer Probe oder eines Fehlers bei der Durchführung der Messung. Bei der in diesem Dokument empfohlenen Analyse können leere Zellen einfach ignoriert und teilweise leere Zellen bei dem Normberechnungsverfahren berücksichtigt werden.

8.2.4 Ausreißer

Hierbei handelt es sich um Einträge unter den originalen Prüfergebnissen oder in den daraus abgeleiteten Tabellen, die so weit von den vergleichbaren Einträgen in derselben Tabelle abweichen, dass sie als nicht mit den anderen Daten zusammenführbar gelten. Die Erfahrung hat gezeigt, dass Ausreißer nicht immer vermieden werden können, und sie müssen in der gleichen Weise wie bei der Behandlung fehlender Daten berücksichtigt werden.

8.2.5 Labore mit Ausreißern

Wenn mehrere unerklärte unnormale Prüfergebnisse in verschiedenen Bereichen in demselben Labor auftreten, kann dieses Labor als Ausreißer betrachtet werden, der eine zu hohe laborinterne Varianz und/oder eine zu große systematische Messabweichung im Bereich seiner Prüfergebnisse aufweist. Es kann sinnvoll sein, einige oder alle Daten eines solchen Ausreißer-Labors auszusortieren.

Dieses Dokument bietet keine statistische Prüfung zur Beurteilung verdächtiger Labore. Die Hauptentscheidung sollte der Verantwortung des Statistikexperten unterliegen. Alle abgelehnten Labore sollten jedoch der Prüfergruppe zwecks weiterer Maßnahmen gemeldet werden.

8.2.6 Fehlerhafte Daten

Offensichtlich fehlerhafte Daten sollten untersucht und korrigiert oder aussortiert werden.

ANMERKUNG Fehlerhafte Daten können offensichtlich sein, wenn beispielsweise Ergebnisse in falschen Maßeinheiten angegeben werden, die gemeldeten Werte nicht angemessen dem betrachteten Material zugewiesen werden können oder andere gemeldete Informationen auf eine erhebliche unbeabsichtigte Abweichung von dem untersuchten Normverfahren hindeuten.

8.2.7 Prüfergebnisse symmetrischer einheitlicher Experimente

Im Idealfall nehmen p Labore teil, bezeichnet als i ($i = 1, 2, \dots, p$), jede Prüfung hat q Bereiche, bezeichnet als j ($j = 1, 2, \dots, q$), und es sind n Replikate in jedem Bereich vorhanden (jeweils Kombination aus ij), was zu einer Gesamtzahl von pqn Prüfergebnissen führt. Diese ideale Situation wird aufgrund fehlender (8.2.3) oder abweichender (8.2.4) Prüfergebnisse oder von Ausreißer-Laboren (8.2.5) oder fehlerhaften Daten (8.2.6) nicht immer erreicht. Unter diesen Bedingungen ermöglichen die Bezeichnungen in 8.2.9 bis 8.2.11 und die Verfahren in 8.4 unterschiedliche Anzahlen von Prüfergebnissen.

8.2.8 Zusammenstellung der Daten und Zwischenwerte

Bild 2 zeigt Muster der für die statistische Analyse empfohlenen Formulare. Formular A enthält zusammengestellte Einzelergebnisse, Formular B enthält berechnete Zellenmittelwerte und Formular C enthält berechnete Standardabweichungen. Aus Gründen der Einfachheit werden diese einfach als Formular A, B und C bezeichnet (aus Bild 2).

ANMERKUNG Die Verwendung der Formulare A, B und C für die statistische Analyse ist keine Anforderung dieses Dokuments. Die Formulare A, B und C eignen sich jedoch für die Zusammenstellung von Zwischenwerten in der manuellen Berechnung und können einfach für die Anwendung in einer Spreadsheet-Software angepasst werden. Alternative Layouts sind oftmals besser für die Anwendung mit Statistiksoftware geeignet.

8.2.9 Ursprüngliche Prüfergebnisse

Siehe Formular A in Bild 2, wo

n_{ij} die Anzahl der Prüfergebnisse in der Zelle für ein Labor i im Bereich j ist

y_{ijk} jedes dieser Prüfergebnisse ist ($k = 1, 2, \dots, n_{ij}$);

p_j die Anzahl der Labore, die mindestens ein Prüfergebnis für den Bereich j angeben (nach Löschung aller als Ausreißer oder fehlerhaft identifizierter Prüfergebnisse), ist.

8.2.10 Zellenmittelwerte (Formular B in Bild 2)

Diese Werte werden aus den Ergebnissen in Formular A anhand der Gleichung (2) wie folgt abgeleitet.

$$\bar{y}_{ij} = \frac{1}{n_{ij}} \sum_{k=1}^{n_{ij}} y_{ijk} \quad (2)$$

Die Zellenmittelwerte sollten mindestens mit einer signifikanten Stelle mehr als die angegebenen Prüfergebnisse dokumentiert werden (Formular A).

8.2.11 Messwerte des Zell-Spreads (Formular C aus Bild 2)

Diese Werte werden aus einzelnen Ergebnissen (Formular A, siehe 8.2.9) und Mittelwerten (Formular B, siehe 8.2.10) wie folgt abgeleitet. Für allgemeine Fälle wird die Standardabweichung innerhalb der Zelle wie in Gleichung (3) angewendet

$$s_{ij} = \sqrt{\frac{1}{n_{ij} - 1} \sum_{k=1}^{n_{ij}} (y_{ijk} - \bar{y}_{ij})^2} \quad (3)$$

oder vergleichbares

$$s_{ij} = \sqrt{\frac{1}{n_{ij} - 1} \left[\sum_{k=1}^{n_{ij}} (y_{ijk})^2 - \frac{1}{n_{ij}} \left[\sum_{k=1}^{n_{ij}} y_{ijk} \right]^2 \right]} \quad (4)$$

Bei der Anwendung dieser Gleichungen muss darauf geachtet werden, eine ausreichende Anzahl an Dezimalstellen für die Berechnungen zu wählen, d. h. jeder Zwischenwert muss mit mindestens doppelt so vielen signifikanten Stellen wie für die ursprünglich angegebenen Daten erforderlich berechnet werden [siehe 7.3.2 b), 7.4.3 f)].

Wird das Formular C verwendet, sollte die Standardabweichung mit einer signifikanten Stelle mehr als die Ergebnisse in Formular A dokumentiert werden. Bei Werten für n_{ij} unter 2 sollte ein Bindestrich in das Formular C eingefügt werden.

ANMERKUNG 1 Wenn eine Zelle ij zwei Prüfergebnisse enthält, beträgt die Standardabweichung innerhalb der Zelle

$$s_{ij} = |y_{ij1} - y_{ij2}| / \sqrt{2} \quad (5)$$

Daher können aus Gründen der Einfachheit absolute Differenzen in Formular C dokumentiert und für die Cochran-Prüfung anstelle der Standardabweichung verwendet werden, wenn alle Zellen zwei Prüfergebnisse enthalten.

ANMERKUNG 2 Gleichung (4) ist für Rundungsfehler in Computerberechnungen anfällig; Gleichung (3) ist für Computerberechnungen genauer.

8.2.12 Korrigierte oder abgelehnte Daten

Da einige der Daten auf der Grundlage der in 8.3.3 und 8.3.4 erwähnten Prüfungen korrigiert oder abgelehnt werden können, können sich die für die endgültige Bestimmung der Genauigkeit und des Mittelwerts verwendeten Werte von y_{ijk} , n_{ij} und p_j von den Werten der in den Formularen A, B, und C in Bild 2 dokumentierten ursprünglichen Prüfergebnisse unterscheiden. Bei der Angabe der endgültigen Werte der Genauigkeit und Richtigkeit muss daher immer angegeben werden, welche Daten korrigiert oder aussortiert wurden, sofern zutreffend.

8.3 Untersuchung der Ergebnisse auf Konsistenz und Ausreißer

8.3.1 Ansätze für die Untersuchung von Daten

Die Wiederhol- und Vergleichstandardabweichungen müssen anhand der in einer Reihe spezifischer Bereiche gesammelten Daten erfasst werden. Die Anwesenheit einzelner Labore oder Werte, die mit allen anderen Laboren oder Werten inkonsistent zu sein scheinen, kann die Schätzwerte verändern und es müssen Entscheidungen in Bezug auf diese Werte getroffen werden. Zwei Ansätze werden vorgestellt:

- a) Grafisches Konsistenzverfahren;
- b) numerische Ausreißerprüfungen.

ANMERKUNG Literaturhinweis [3] bietet weitere Erörterungen der Handhabung laborübergreifender Daten.

8.3.2 Grafisches Konsistenzverfahren

8.3.2.1 Die beiden Messwerte der h - und k -Statistik von Mandel werden angewendet. Dies hilft nicht nur bei der Beschreibung der Variabilität des Messverfahrens, sondern auch bei der Laborbeurteilung.

8.3.2.2 Die Konsistenzstatistik zwischen Laboren, h , wird für jedes Labor durch Teilen der Zellenabweichung (Zellenmittelwert abzüglich Gesamtmittelwert für diesen Bereich) durch die Standardabweichung unter den Zellenmittelwerten (für diesen Bereich) berechnet:

$$h_{ij} = \frac{\bar{y}_{ij} - \bar{\bar{y}}_j}{\sqrt{\frac{1}{p_j-1} \sum_{i=1}^{p_j} (\bar{y}_{ij} - \bar{\bar{y}}_j)^2}} \quad (6)$$

Hierbei siehe 8.2.10 für $\bar{y}_{ij}$ und 8.4.4 für $\bar{\bar{y}}_j$.

Die Werte für h_{ij} für jede Zelle werden in der Reihenfolge der Labore in Gruppen für jeden Bereich (und separat gruppiert für mehrere von jedem Labor untersuchte Bereiche) in einem Diagramm aufgetragen (siehe Bild C.7).

Formular A – Empfohlenes Formular für die Zusammenstellung der ursprünglichen Daten ^a									
Prüflaboratorium	Stufe								
	1	2	...	...	j	...	...	$q-1$	q
1									
2									
⋮									
i	y_{i11}				y_{ij1}				y_{iq1}
	⋮				⋮				⋮
	y_{i1k}				y_{ijk}				y_{iqk}
	⋮				⋮				⋮
	y_{i1n}				y_{ijn}				y_{iqn}
⋮									
p									

Formular B – Empfohlenes Formular für die Zusammenstellung der Mittelwerte ^b									
Prüflaboratorium	Stufe								
	1	2	...	...	j	...	...	$q-1$	q
1	$\bar{y}_{11}$								$\bar{y}_{1q}$
2									
⋮									
i					$\bar{y}_{ij}$				
⋮									
p	$\bar{y}_{p1}$								$\bar{y}_{pq}$

Formular C – Empfohlenes Formular für die Zusammenstellung der Spread-Messwerte in den Zellen ^c									
Prüflaboratorium	Stufe								
	1	2	...	...	j	...	...	$q-1$	q
1	s_{11}								s_{1q}
2									
⋮									
i					s_{ij}				
⋮									
p	s_{p1}								s_{pq}

^a Formular A enthält die zusammengestellten einzelnen Ergebnisse. Jede Zelle enthält alle n Ergebnisse für das Labor.

^b Formular B enthält die nach 8.2.10 berechneten Zellenmittelwerte.

^c Formular C enthält die nach 8.2.11 berechneten Spread-Messwerte (Standardabweichungen).

Bild 2 — Empfohlene Formulare für die Zusammenstellung von Ergebnissen zur Analyse

8.3.2.3 Die Konsistenzstatistik innerhalb eines Labors k wird ermittelt, indem zunächst die gepoolte Standardabweichung innerhalb der Zelle (Gleichung (7))

$$\sqrt{\frac{\sum s_{ij}^2}{p_j}} \quad (7)$$

für jeden Bereich und anschließend

$$k_{ij} = \frac{s_{ij}\sqrt{p_j}}{\sqrt{\sum s_{ij}^2}} \quad (8)$$

für jedes Labor in diesem Bereich berechnet wird.

Die Werte für k_{ij} für jede Zelle werden in der Reihenfolge der Labore in Gruppen für jeden Bereich und separat gruppiert für mehrere von jedem Labor untersuchte Bereiche in einem Diagramm aufgetragen (siehe Bild C.8).

8.3.2.4 Die Untersuchung der h - und k -Plots kann darauf hindeuten, dass bestimmte Labore Ergebnismuster aufweisen, die sich deutlich von anderen in der Studie unterscheiden. Labore können beispielsweise konsistent hohe oder niedrige Schwankungen innerhalb der Zellen und/oder extreme Zellenmittelwerte über viele Bereiche aufweisen. Wenn dies auftritt, sollte das betreffende Labor kontaktiert werden, um zu versuchen, die Ursache für das abweichende Verhalten zu ermitteln. Der Statistikexperte kann auf der Grundlage der Erkenntnisse:

- a) die Labordaten zunächst zurückhalten;
- b) das Labor auffordern, die Messung zu wiederholen (sofern möglich);
- c) die Labordaten aus der Studie entfernen.

8.3.2.5 In den h -Plots können verschiedene Muster auftreten. Alle Labore können positive und negative h -Werte in allen Bereichen des Experiments haben. Einzelne Labore können geneigt sein, nur positive oder nur negative h -Werte anzugeben, und die Anzahl der Labore, die negative Werte angeben, entspricht ungefähr der Anzahl derer, die positive Werte angeben. Keines dieser Muster ist ungewöhnlich oder erfordert eine Untersuchung, auch wenn das zweite Muster auf eine gemeinsame Quelle für eine systematische Abweichungskomponente eines Labors hindeutet. Wenn andererseits alle h -Werte eines Labors ein Vorzeichen und alle h -Werte des anderen Labors das andere Vorzeichen aufweisen, sollte der Grund ermittelt werden. Wenn gleichermaßen die h -Werte für ein Labor extrem sind und scheinbar systematisch von dem experimentellen Bereich abzuhängen scheinen, sollte der Grund hierfür ermittelt werden. Auf den h -Plots werden Linien entsprechend den in Tabelle 7 und Tabelle 8 angegebenen Indikatoren gezeichnet. Diese Indikatorlinien dienen als Leitlinien bei der Untersuchung von Mustern in den Daten.

8.3.2.6 Wenn ein Labor aus dem k -Plot durch zahlreiche hohe Werte heraussticht, sollte der Grund hierfür ermittelt werden. Dies deutet auf eine geringere Wiederholpräzision als bei den anderen Laboren hin. Ein Labor kann aufgrund von Faktoren wie der übermäßigen Rundung seiner Daten oder einer unempfindlichen Messskala konsistent kleine k -Werte produzieren. Auf den k -Plots werden Linien entsprechend den in (Tabelle 7 und Tabelle 8) angegebenen Indikatoren gezeichnet. Diese Indikatorlinien dienen als Leitlinien bei der Untersuchung von Mustern in den Daten.

8.3.2.7 Wenn ein nach Laboren gruppierter h - oder k -Plot darauf hindeutet, dass ein Labor mehrere h - oder k -Werte nahe der Indikatorwertelinie hat, sollte der entsprechende nach Bereich gruppierte Plot untersucht werden. Oftmals erweist sich ein Wert, der in einem nach Laboren gruppierten Plot hoch erscheint, als angemessen konsistent mit anderen Laboren für denselben Bereich. Wenn sich der Wert erheblich von den Werten für die anderen Labore unterscheidet, sollte der Grund hierfür ermittelt werden.

8.3.2.8 Zusätzlich zu diesen h - und k -Graphen können Histogramme der Zellenmittelwerte und Zellenbereiche auf die Anwesenheit von beispielsweise zwei unterschiedlichen Populationen hinweisen. Ein solcher Fall erfordert eine besondere Behandlung, weil das allgemeine zugrundeliegende Prinzip hinter den hierin beschriebenen Verfahren von einer einzelnen unimodalen Population ausgeht.

8.3.3 Numerisches Ausreißerverfahren

8.3.3.1 Die folgende Vorgehensweise wird für den Umgang mit Ausreißern empfohlen.

- a) Die in 8.3.4 und 8.3.5 empfohlenen Prüfungen werden angewendet, um Nachzügler oder Ausreißer zu identifizieren:
- wenn die Prüfgröße 5 % oder weniger ihres kritischen Werts beträgt, wird der geprüfte Punkt als korrekt akzeptiert;
 - ergibt die Prüfgröße mehr als 5 % des kritischen Werts und 1 % oder weniger seines kritischen Werts, gilt der geprüfte Punkt als Nachzügler und wird mit einem einzelnen Sternchen gekennzeichnet;
 - wenn die Prüfgröße mehr als 1 % über dem kritischen Wert liegt, gilt der Punkt als statistischer Ausreißer und wird mit einem doppelten Sternchen gekennzeichnet.
- b) Im Anschluss wird untersucht, ob die Nachzügler und/oder statistischen Ausreißer durch einen technischen Fehler erklärt werden können, wie beispielsweise
- einen Fehler bei der Durchführung der Messung,
 - einen Rechenfehler,
 - einen einfachen Schreibfehler bei der Abschrift eines Prüfergebnisses oder
 - der Analyse der falschen Probe.

Wenn es sich um einen Rechen- oder Schreibfehler handelt, sollte das zweifelhafte Ergebnis durch den korrekten Wert ersetzt werden. Wenn der Fehler durch die Analyse der falschen Probe entstanden ist, sollte das Ergebnis in die korrekte Zelle eingetragen werden. Nach der Korrektur sollte die Untersuchung auf Nachzügler oder Ausreißer wiederholt werden. Wenn die Erklärung des technischen Fehlers die Ersetzung des zweifelhaften Prüfergebnisses unmöglich macht, sollte es als „echter“ Ausreißer, der nicht Teil des Experiments ist, aussortiert werden.

- c) Wenn Nachzügler und/oder statistische Ausreißer übrigbleiben, die nicht erklärt oder als Werte eines Ausreißer-Labors abgelehnt wurden, werden die Nachzügler als korrekte Punkte behalten und die statistischen Ausreißer werden aussortiert, sofern der Statistiker keine guten Gründe hat, sie zu behalten.
- d) Wenn die Daten für eine Zelle nach dem obigen Verfahren für das Formular B in Bild 2 abgelehnt wurden, müssen die entsprechenden Daten für das Formular C in Bild 2 abgelehnt werden und umgekehrt.

8.3.3.2 8.3.4 und 8.3.5 beschreiben zwei Arten von Prüfungen. Die Cochran-Prüfung ist eine Prüfung der Variabilität innerhalb eines Labors und sollte zuerst angewendet werden. Anschließend sollten alle notwendigen Maßnahmen getroffen und die Prüfungen gegebenenfalls wiederholt werden. Die andere Prüfung (Grubbs) ist hauptsächlich eine Prüfung der Variabilität zwischen Laboren und kann ebenfalls angewendet werden (wenn $n > 2$), wenn der Cochran-Test darauf hindeutet, dass hohe Abweichungen innerhalb des Labors nur einem der Prüfergebnisse in der Zelle zuzuordnen sind.

8.3.4 Cochran-Prüfung

8.3.4.1 Dieses Dokument geht davon aus, dass zwischen den Laboren nur geringe Unterschiede der Varianzen innerhalb des Labors bestehen. Die Erfahrung hat jedoch gezeigt, dass dies nicht immer der Fall ist. Aus diesem Grund wurde eine Prüfung eingeführt, um die Gültigkeit dieser Annahme zu prüfen. Die Cochran-Prüfung wurde unter verschiedenen für diesen Zweck geeigneten Prüfungen ausgewählt.

8.3.4.2 In Anbetracht einer Reihe von p -Standardabweichungen s_i , die alle aus der gleichen Anzahl (n) replizierter Ergebnisse berechnet wurden, stellt sich die Cochran-Prüfgröße C wie durch Gleichung (9) gegeben dar:

$$C = \frac{s_{\max}^2}{\sum_{i=1}^p s_i^2} \quad (9)$$

dabei ist $s_{\max}$ die höchste Standardabweichung in der Reihe.

- a) Wenn die Prüfgröße 5 % oder weniger ihres kritischen Werts beträgt, wird der geprüfte Punkt als korrekt akzeptiert.
- b) Ergibt die Prüfgröße mehr als 5 % des kritischen Werts und 1 % oder weniger seines kritischen Werts, gilt der geprüfte Punkt als Nachzügler und wird mit einem einzelnen Sternchen gekennzeichnet.
- c) Wenn die Prüfgröße mehr als 1 % über dem kritischen Wert liegt, gilt der Punkt als statistischer Ausreißer und wird mit einem doppelten Sternchen gekennzeichnet.

Kritische Werte für die Cochran-Prüfung sind in Tabelle 5 angegeben.

Die Cochran-Prüfung muss auf Formular C in Bild 2 separat in jedem Bereich angewendet werden.

8.3.4.3 Das Cochran-Kriterium gilt nur, wenn alle Standardabweichungen aus derselben Anzahl (n) von unter denselben Messbedingungen (Wiederholbedingungen in diesem Dokument) erzielten Prüfergebnissen abgeleitet werden. In der Praxis kann diese Zahl aufgrund fehlender oder aussortierter Daten variieren. Dieses Dokument geht jedoch davon aus, dass solche Variationen der Anzahl der Prüfergebnisse pro Zelle in einem ordentlich organisierten Experiment begrenzt sind und ignoriert werden können. Das Cochran-Kriterium wird daher für die Anzahl von n Prüfergebnissen in den meisten Zellen angewendet.

8.3.4.4 Das Cochran-Kriterium prüft nur den höchsten Wert in einer Reihe von Standardabweichungen und ist daher eine einseitige Ausreißerprüfung. Eine Heterogenität der Varianz kann sich außerdem in einigen der Standardabweichungen zeigen, die vergleichsweise zu gering sind. Kleine Werte der Standardabweichung können jedoch erheblich durch den Grad der Rundung der ursprünglichen Daten beeinflusst sein und sind aus diesem Grund nicht sehr zuverlässig. Darüber hinaus erscheint es unangemessen, die Daten eines Labors abzulehnen, weil es eine höhere Genauigkeit seiner Prüfergebnisse erzielt hat als die anderen Labore. Das Cochran-Kriterium gilt daher als geeignet.

8.3.4.5 Eine kritische Untersuchung des Formulars C in Bild 2 kann manchmal zeigen, dass die Standardabweichungen für ein bestimmtes Labor in allen oder den meisten Bereichen geringer sind als bei anderen Laboren. Dies kann darauf hindeuten, dass das Labor mit einer geringeren Wiederholstandardabweichung als die anderen Labore arbeitet, was wiederum durch ein besseres Verfahren und bessere Geräte oder eine geänderte oder falsche Anwendung des Standardmessverfahrens verursacht werden kann. Wenn dies der Fall ist, sollte dies der Prüfergruppe gemeldet werden, die daraufhin entscheiden sollte, ob der Punkt einer eingehenderen Untersuchung bedarf. (Labor 2 in dem in B.1 beschriebenen Experiment ist ein Beispiel hierfür.)

8.3.4.6 Wenn die höchste Standardabweichung als Ausreißer klassiert ist, sollte der Wert gelöscht und die Cochran-Prüfung mit den verbleibenden Werten wiederholt werden. Dieser Prozess darf wiederholt werden, kann jedoch zu übermäßigen Ablehnungen führen, wenn die zugrundeliegende Annahme der Normalität nicht ausreichend gehalten wird, was gelegentlich der Fall ist. Die wiederholte Anwendung der Cochran-Prüfung wird hier nur als hilfreiches Instrument in Betracht mangelnder statistischer Prüfungen für die gemeinsame Prüfung mehrerer Varianzausreißer vorgeschlagen. Die Cochran-Prüfung ist für diesen Zweck nicht ausgelegt, sodass Schlussfolgerungen mit äußerster Vorsicht getroffen werden sollten. Wenn zwei oder drei Labore Ergebnisse mit hohen Standardabweichungen insbesondere in nur einem der Bereiche liefern, sollten die Schlussfolgerungen aus der Cochran-Prüfung sorgfältig untersucht werden. Wenn andererseits mehrere Nachzügler und/oder statistische Ausreißer in verschiedenen Bereichen innerhalb eines Labors gefunden werden, kann dies ein deutlicher Hinweis darauf sein, dass die Varianz innerhalb des Labors außergewöhnlich hoch ist, und die gesamten Daten dieses Labors sollten abgelehnt werden.

8.3.5 Grubbs-Prüfungen

8.3.5.1 Ein festgestellter Ausreißer

Anhand eines Datensatzes $x_{(1)}, x_{(2)}, \dots, x_{(p)}$, gebildet aus $x_1, x_2, \dots, x_p$ angeordnet in aufsteigender Reihenfolge, wird die Prüfgröße G_p , anhand von Gleichung (10) berechnet, um anhand der Grubbs-Prüfung festzustellen, ob der größte beobachtete Wert ein Ausreißer ist:

$$G_p = \frac{x_{(p)} - \bar{x}}{s} \quad (10)$$

dabei ist

$$\bar{x} = \frac{1}{p} \sum_{i=1}^p x_{(i)} \quad (11)$$

und

$$s = \sqrt{\frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^p (x_{(i)} - \bar{x})^2} \quad (12)$$

Um die Signifikanz des kleinsten beobachteten Werts zu prüfen, wird die Prüfgröße, G_1 , anhand der Gleichung (13) berechnet:

$$G_1 = \frac{(\bar{x} - x_{(1)})}{s} \quad (13)$$

- a) Wenn die Prüfgröße 5 % oder weniger ihres kritischen Werts beträgt, wird der geprüfte Punkt als korrekt akzeptiert.
- b) Ergibt die Prüfgröße mehr als 5 % des kritischen Werts und 1 % oder weniger seines kritischen Werts, gilt der geprüfte Punkt als Nachzügler und wird mit einem einzelnen Sternchen gekennzeichnet;
- c) Wenn die Prüfgröße mehr als 1 % über dem kritischen Wert liegt, gilt der Punkt als statistischer Ausreißer und wird mit einem doppelten Sternchen gekennzeichnet.

8.3.5.2 Zwei festgestellte Ausreißer

Um zu prüfen, ob die beiden größten beobachteten Werte Ausreißer sein können, wird die Prüfgröße, G , anhand der Gleichung (14) berechnet:

$$G = \frac{s_{p-1,p}^2}{s_0^2} \quad (14)$$

dabei ist

$$s_0^2 = \sum_{i=1}^p (x_{(i)} - \bar{x})^2 \quad (15)$$

und

$$s_{p-1,p}^2 = \sum_{i=1}^{p-2} (x_{(i)} - \bar{x}_{p-1,p})^2 \quad (16)$$

und

$$x_{p-1,p} = \frac{1}{p-2} \sum_{i=1}^{p-2} x_{(i)} \quad (17)$$

Um alternativ die beiden kleinsten beobachteten Werte zu prüfen, wird die Prüfgröße, G , anhand der Gleichung (18) berechnet:

$$G = \frac{s_{1,2}^2}{s_0^2} \quad (18)$$

dabei ist

$$s_{1,2}^2 = \sum_{i=1}^{p-2} (x_{(i)} - \bar{x}_{1,2})^2 \quad (19)$$

und

$$\bar{x}_{1,2} = \frac{1}{p-2} \sum_{i=3}^p x_{(i)} \quad (20)$$

8.3.5.3 Anwendung der Grubbs-Prüfung

Die Grubbs-Prüfung kann bei der Analyse eines Genauigkeitsexperiments auf Folgendes angewendet werden.

a) Die Zellenmittelwerte (Formular B in Bild 2) für einen gegebenen Bereich j , in diesem Fall

$$x_i = \bar{y}_{ij} \quad (21)$$

und

$$p = p_j \quad (22)$$

dabei ist j ein fester Wert.

Die Grubbs-Prüfung wird für die Daten eines Bereichs auf einen beobachteten Ausreißer von den Zellenmittelwerten nach 8.3.5.1 angewendet. Wenn sich ein Zellenmittelwert durch diese Prüfung als Ausreißer erweist, wird er ausgeschlossen und die Prüfung wird mit einem anderen extremen Zellenmittelwert wiederholt (z. B. wenn der höchste Wert ein Ausreißer ist, wird dieser Wert ausgeschlossen und der niedrigste Wert betrachtet). Die Grubbs-Prüfung darf jedoch nicht für zwei beobachtete Ausreißer nach 8.3.5.2 angewendet werden. Wenn die Grubbs-Prüfung nicht zeigt, dass ein Zellenmittelwert ein Ausreißer ist, wird die Grubbs-Prüfung für zwei Ausreißer nach 8.3.5.2 angewendet.

b) Ein einzelnes Ergebnis innerhalb einer Zelle, bei der Cochran-Prüfung eine verdächtige Zellenstandardabweichung ergeben hat.

ANMERKUNG Ein Punkt wird nach 8.3.3.1 als statistischer Ausreißer bezeichnet, wenn die Prüfgröße mehr als 1 % ihres kritischen Werts beträgt. Wenn die Grubbs-Prüfung zuerst auf eine Gruppe von Zellenmittelwerten angewendet wird, wird ein kritischer Wert aus Tabelle 6 angewendet, um den höchsten Zellenmittelwert im 0,5-%-Bereich und den niedrigsten Zellenmittelwert im 0,5-%-Bereich zu prüfen. Dies führt zu einer Prüfung der extremsten Zellenmittelwerte im 1-%-Bereich in Übereinstimmung mit 8.3.3.1. Wenn sich der extremste Zellenmittelwert als statistischer Ausreißer erweist, wird die Grubbs-Prüfung anschließend auf den anderen extremen Zellenmittelwert angewendet. Es kann argumentiert werden, dass jetzt eine einseitige Prüfung angewendet werden sollte. Das in diesem Dokument empfohlene Verfahren besteht jedoch darin, nur die in Tabelle 6 tabellierten kritischen Werte zu verwenden (die kritischen Werte für zweiseitige Prüfung im 1-%-Signifikanzbereich), damit alle Zellenmittelwerte konsistent behandelt werden. Ein vergleichbares Argument kann die Anwendung der zweiseitigen kritischen Werte bei 5 % in Tabelle 6 für alle Prüfungen auf statistische Ausreißer rechtfertigen.

8.3.6 Wiederholte Prüfung für Mittelwert- und Datenpunktausreißer

8.3.6.1 Es wird oftmals festgestellt, dass eine einzige Anwendung (zum Beispiel) der Grubbs-Prüfung gefolgt von der Löschung der Ausreißer zu einem kleineren Datensatz führt, der bei näherer Prüfung scheinbar weitere Extremwerte im Verhältnis zu dem übrigen Datensatz enthält. Unter diesen Umständen ist die Anwendung weiterer Prüfungen für Datenpunkt- oder Labormittelwertausreißer erlaubt.

8.3.6.2 Die wiederholte Ausreißerprüfung und -ablehnung sollte für einen gegebenen Bereich eingestellt werden, wenn dies zu der Ablehnung eines übermäßigen Anteils der Daten aus diesem Bereich führt. Die Prüfergruppe muss bestimmen, ob der Anteil der abgelehnten Daten zu hoch ist.

ANMERKUNG 1 Es kann hilfreich sein, eine Obergrenze für den Anteil abgelehnter Daten vor der statistischen Analyse festzulegen.

ANMERKUNG 2 Laut der Empfehlung von IUPAC[15] sollte der Anteil der abgelehnten Daten eines gegebenen Bereichs einer Studie den Bruchwert $2/9$ nicht überschreiten. Dieser Bruchwert wird nach der Löschung aller als aus technischen Gründen vor der Ausreißerprüfung als ungültig angesehenen Daten berücksichtigt.

8.3.7 Alternative Ausreißer-Prüfung und Prüfverfahren

Alternative Prüfverfahren und Prüfgrößen zu den in 8.3.3 bis 8.3.5 angegebenen Verfahren und Statistiken dürfen angewendet werden, sofern:

- die gleiche Reihe von Ausreißerprüfungen und statistischen Ausreißerprüfungen auf alle Bereiche innerhalb einer gegebenen Studie angewendet wird;
- die gewählten Verfahren es ermöglichen, einzelne Datenpunktausreißer innerhalb eines Labors, Labormittelwertausreißer und Labordispersionsausreißer zu erkennen;
- jede systematische Abweichung der Varianzschätzwerte für normal verteilte Daten, die durch die Ablehnung von Ausreißern entstehen, nicht größer ist als die aus der Anwendung der Unterabschnitte 8.3.3 bis 8.3.5 entstehenden Abweichungen.

ANMERKUNG Alle Ausreißerablehnungsverfahren führen zu einer gewissen systematischen Abweichung nach unten der Genauigkeitsschätzwerte, sofern nicht eine ausdrückliche Korrektur um die resultierende systematische Abweichung erfolgt. Robuste statistische Verfahren, die weniger systematischen Abweichungen der Genauigkeitsschätzwerte für normal verteilte Daten unterliegen, sind in ISO 5725-5 beschrieben.

8.4 Berechnung des allgemeinen Mittelwerts und der Varianzen

8.4.1 Analyseverfahren

Das in diesem Dokument eingeführte Analyseverfahren beinhaltet die Schätzung von m und der Genauigkeit j separat für jeden Bereich. Die Berechnungsergebnisse werden in einer Tabelle für jeden Wert von j angegeben.

8.4.2 Ausgangsdaten

Die für die Berechnung benötigten Ausgangsdaten sind in den drei Tabellen in Bild 2 angegeben:

- Formular A mit den ursprünglichen Prüfergebnissen;
- Formular B mit den Zellenmittelwerten;
- Formular C mit den Spread-Messwerten innerhalb der Zelle.

8.4.3 Nichtleere Zellen

Infolge der in 8.3.3.1 d) angegebenen Regel ist die Anzahl der für die Berechnung zu verwendenden nichtleeren Zellen für einen bestimmten Bereich üblicherweise in Formular B und Formular C gleich. Eine Ausnahme könnte bestehen, wenn eine Zelle in Formular A aufgrund fehlender Daten nur ein einziges Prüfergebn enthält, was zu einer leeren Zelle in Formular C, aber nicht Formular B führt. In diesem Fall ist es zulässig,

- a) das einzelne Prüfergebn zu verwerfen, was zu einer leeren Zelle in beiden Formularen B und C führt, oder
- b) wenn dies als unerwünschter Verlust von Informationen gilt, einen Trennstich (fehlender Wert) in Formular C einzufügen.

Die Anzahl der nichtleeren Zellen kann sich für verschiedene Bereiche unterscheiden, daher ist der Index j in p_j .

8.4.4 Berechnung des allgemeinen Mittelwerts $\hat{m}$

Der allgemeine Mittelwert für den Bereich j ist

$$\hat{m}_j = \bar{\bar{y}}_j = \frac{\sum_{i=1}^p n_{ij} \bar{y}_{ij}}{\sum_{i=1}^p n_{ij}} \quad (23)$$

oder vergleichbares

$$\hat{m}_j = \bar{\bar{y}}_j = \frac{\sum_{i=1}^p \sum_{k=1}^{n_{ij}} y_{ijk}}{\sum_{i=1}^p n_{ij}} \quad (24)$$

8.4.5 Berechnung von Varianzen

Für jeden Bereich werden drei Varianzen berechnet. Hierbei handelt es sich um die Wiederholpräzisionsvarianz, die Varianz zwischen Laboren und die Vergleichpräzisionsvarianz.

8.4.5.1 Die Wiederholpräzisionsvarianz ist durch Gleichung (25) gegeben:

$$s_{rj}^2 = \frac{\sum_{i=1}^p (n_{ij} - 1) s_{ij}^2}{\sum_{i=1}^p (n_{ij} - 1)} \quad (25)$$

8.4.5.2 Die Varianz zwischen Laboren ist durch Gleichung (26) gegeben:

$$s_{Lj}^2 = \frac{s_{dj}^2 - s_{rj}^2}{\bar{n}_j} \quad (26)$$

dabei ist

$$s_{dj}^2 = \frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^p n_{ij} (\bar{y}_{ij} - \bar{\bar{y}}_j)^2 = \frac{1}{p-1} \left[\sum_{i=1}^p n_{ij} \bar{y}_{ij}^2 - \bar{\bar{y}}_j^2 \sum_{i=1}^p n_{ij} \right] \quad (27)$$

und

$$\bar{n}_j = \frac{1}{p-1} \left[\sum_{i=1}^p n_{ij} - \frac{\sum_{i=1}^p n_{ij}^2}{\sum_{i=1}^p n_{ij}} \right] \quad (28)$$

Diese Berechnungen sind in den Beispielen in C.1 und C.3 dargestellt.

ANMERKUNG Das zweite gegebene Formular für Gleichung (27), das die Differenz zwischen den beiden summierten Ausdrücken enthält, ist mathematisch mit dem ersten Formular identisch, kann aber zu erheblichen Rundungsfehlern führen, wenn es in Computerberechnungen verwendet wird. Das erste Formular ist deutlich weniger anfällig für Rundungsfehler.

8.4.5.3 Für den besonderen Fall, in dem alle $n_{ij} = n = 2$, dürfen die einfacheren Berechnungen durch die Gleichungen (29) und (30) angewendet werden:

$$s_{rj}^2 = \frac{1}{2p} \sum_{i=1}^p (y_{ij1} - y_{ij2})^2 \quad (29)$$

und

$$s_{Lj}^2 = \frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^p (\bar{y}_{ij} - \bar{\bar{y}}_j)^2 - \frac{s_{rj}^2}{2} \quad (30)$$

Diese sind durch das Beispiel in C.2 dargestellt.

8.4.5.4 Wenn aufgrund zufälliger Effekte ein negativer Wert für s_{Lj}^2 aus diesen Berechnungen erhalten wird, sollte dieser Wert als null angenommen werden.

8.4.5.5 Die Vergleichspräzisionsvarianz ist durch Gleichung (31) gegeben:

$$s_{Rj}^2 = s_{rj}^2 + s_{Lj}^2 \quad (31)$$

8.4.6 Alternative Berechnungsverfahren für Varianzen

8.4.6.1 Für alle Fälle, in denen Labore die gleiche Anzahl an Replikaten haben (nach Untersuchung auf Ausreißer und anschließender Löschung von Datenpunkten), dürfen die vorgenannten Varianzberechnungen durch die Anwendung der in Anhang B beschriebenen Varianzanalyse ersetzt werden.

8.4.6.2 Der Berechnungsprozess in 8.4.4 bis 8.4.5 darf durch die Schätzung der eingeschränkten maximalen Wahrscheinlichkeit (REML) [13], [14] durch eine geeignete Computersoftware ersetzt werden. Software, die die REML-Varianzschätzwerte aus den Beispielen in Anhang B mit drei oder mehr signifikanten Stellen reproduziert, darf verwendet werden.

ANMERKUNG 1 Ein Verfahren zur Schätzung der Varianzkomponenten der eingeschränkten maximalen Wahrscheinlichkeit ist in Anhang B beschrieben.

ANMERKUNG 2 Es können geringfügige Unterschiede zwischen den Ergebnissen der REML-Schätzung und an anderer Stelle in diesem Teil vorgesehener Berechnungen bestehen. Diese Unterschiede haben üblicherweise keine Konsequenzen.

8.4.6.3 Wenn ein alternatives Berechnungsverfahren für Varianzen gewählt wird, muss das gleiche Berechnungsverfahren für alle Bereiche des Genauigkeitsexperiments verwendet werden.

8.4.7 Abhängigkeit der Varianzen von m

Im Anschluss an die Berechnung der Genauigkeit für jeden Bereich m sollte untersucht werden, ob die Genauigkeit von m abhängig ist, und wenn ja, sollte die funktionale Beziehung bestimmt werden. Dies wird in 8.5 beschrieben.

8.5 Erstellen einer funktionalen Beziehung zwischen Genauigkeitswerten s und dem Mittelwertbereich m

8.5.1 Wahl der funktionalen Beziehung

8.5.1.1 Es kann nicht immer als gegeben angenommen werden, dass eine reguläre funktionale Beziehung zwischen der Genauigkeit und m besteht. Insbesondere in Fällen, in denen die Materialheterogenität untrennbarer Bestandteil der Variabilität der Prüfergebnisse ist, besteht eine funktionale Beziehung nur, wenn diese Heterogenität eine reguläre Funktion des Bereichs m ist. Bei festen Materialien mit unterschiedlicher Zusammensetzung aus unterschiedlichen Herstellungsprozessen ist eine reguläre funktionale Beziehung keineswegs sicher. Dieser Punkt sollte unter Nutzung der Kenntnisse der Materialien und des Messverfahrens vor der Anwendung des folgenden Verfahrens berücksichtigt werden.

8.5.1.2 Wenn keine klare funktionale Beziehung hergestellt werden kann, dürfen separate Genauigkeitswerte für jedes untersuchte Material angegeben werden. Wenn die verschiedenen Genauigkeitswerte bereichsübergreifend ähnlich sind, darf ein gemittelter Genauigkeitswert angegeben werden.

8.5.1.3 Die in 8.5.2 bis 8.5.4 angegebenen Begründungen und Berechnungsverfahren gelten für die Wiederholstandardabweichung und die Vergleichstandardabweichung, werden aber hier aus Gründen der Vereinfachung nur für die Wiederholpräzision angegeben. Es werden nur vier Arten von Beziehungen berücksichtigt:

I) $s_r = bm$ (eine gerade Linie durch den Ursprung)

II) $s_r = a + bm$ (eine gerade Linie mit positivem Schnittpunkt)

III) $s_r^2 = a_v^2 + (b_v m)^2$ (eine Kombination aus konstanten und relativen Beiträgen zu einer kombinierten Standardabweichung)

IV) $\lg s_r = c + d \lg m$ (oder $s_r = Cm^d$); $d \leq 1$ (eine exponentielle Beziehung)

Es kann damit gerechnet werden, dass in den meisten Fällen mindestens eine dieser Gleichungen geeignet ist. Falls nicht, sollte der Statistikexperte, der die Analyse vornimmt, eine alternative Lösung suchen. Um Verwechslungen zu vermeiden, können die Konstanten a , b , c , C und d in diesen Gleichungen durch tiefgestellte Zeichen a_r , b_r , ... für die Wiederholpräzision und a_R , b_R , ... für die Betrachtung der Vergleichpräzision verwendet werden. Diese tiefgestellten Zeichen wurden in diesem Abschnitt jedoch ebenfalls aus Gründen der Vereinfachung der Bezeichnungen ausgelassen. Auch s_r wurde einfach auf s abgekürzt, um ein Begleitzeichen j für den Bereich zu ermöglichen.

8.5.1.4 Grundsätzlich ist $d > 0$, sodass die Beziehungen I und IV zu $s = 0$ für $m = 0$ führen, was aus experimenteller Sicht inakzeptabel erscheinen kann. Für die Angabe von Genauigkeitsdaten sollte jedoch deutlich gemacht werden, dass sie nur innerhalb der von dem laborübergreifenden Genauigkeitsexperiment umfassten Bereiche gelten.

8.5.1.5 Für $a = 0$ (oder $a_v = 0$) und $d = 1$ sind alle vier Beziehungen algebraisch identisch (alle können auf die Beziehung I reduziert werden), wenn daher a bei null und/oder d nahe eins liegt, sind drei oder alle vier dieser Beziehungen praktisch gleichermaßen geeignet und in diesem Fall sollte die Beziehung I bevorzugt werden, weil sie die folgende einfache Aussage ermöglicht.

„Zwei Prüfergebnisse gelten als zweifelhaft, wenn sie um mehr als $(100 b)$ % voneinander abweichen.“

In der statistischen Terminologie besagt dies, dass der Variationskoeffizient $(100 s/m)$ für alle Bereiche eine Konstante ist.

8.5.1.6 Wenn in einem Plot von s_j gegen $\hat{m}_j$, oder einem Plot von $\lg s_j$ gegen $\lg \hat{m}_j$ festgestellt wird, dass die Punktesätze ausreichend nahe an einer geraden Linie liegen, kann eine von Hand gezogene Linie eine zufriedenstellende Lösung liefern. Wenn jedoch aus irgendeinem Grund ein numerisches Anpassungsverfahren

ren bevorzugt wird, wird das Verfahren nach 8.5.2 für die Beziehungen I und II und nach 8.5.4 für Beziehung IV empfohlen.

8.5.2 Anpassungsbeziehungen I und II

8.5.2.1 Aus statistischer Sicht ist die Anpassung einer geraden Linie kompliziert, weil $\hat{m}_j$ und s_j Schätzwerte und daher fehleranfällig sind. Da die Steigung b jedoch üblicherweise gering ist (im Bereich von 0,1 oder weniger), haben Fehler in $\hat{m}$ nur wenig Einfluss und die Fehler bei der Schätzung von s überwiegen.

8.5.2.2 Ein guter Schätzwert der Parameter der Regressionslinie erfordert eine gewichtete Regression, weil der Standardfehler von s proportional zum vorhergesagten Wert von s_j ($\hat{s}_j$) ist. Die Gewichtungsfaktoren müssen proportional zu $1/(\hat{s}_j)^2$ sein, wobei $\hat{s}_j$ die vorhergesagte Wiederholstandardabweichung für den Bereich j ist. $\hat{s}_j$ hängt jedoch von Parametern ab, die noch berechnet werden müssen. Ein mathematisch korrektes Verfahren für die Bestimmung von Schätzwerten entsprechend den gewichteten kleinsten Quadraten der Residuen kann kompliziert sein. Das folgende iterative Verfahren, das sich in der Praxis als geeignet erwiesen hat, wird empfohlen.

8.5.2.3 Bei einem Gewichtungsfaktor W_j entsprechend $1/\hat{s}_{Nj}^2$, wobei $N = 0, 1, 2 \dots$ für sukzessive Iterationen, lauten die berechneten Gleichungen:

$$T_1 = \sum_j W_j \quad (32)$$

$$T_2 = \sum_j W_j \hat{m}_j \quad (33)$$

$$T_3 = \sum_j W_j \hat{m}_j^2 \quad (34)$$

$$T_4 = \sum_j W_j s_j \quad (35)$$

$$T_5 = \sum_j W_j \hat{m}_j s_j \quad (36)$$

Dann ist für Beziehung I ($s = bm$) der Wert von b gegeben durch T_5/T_3 .

Für Beziehung II ($s = a + bm$):

$$a = \frac{T_3 T_4 - T_2 T_5}{T_1 T_3 - T_2^2} \quad (37)$$

und

$$b = \frac{T_1 T_5 - T_2 T_4}{T_1 T_3 - T_2^2} \quad (38)$$

8.5.2.4 Für Beziehung I führt die algebraische Substitution für die Gewichtungsfaktoren $W_j = 1/\hat{s}_j^2$ durch $\hat{s}_j^2 = b\hat{m}_j$ zu dem vereinfachten Ausdruck:

$$b = \frac{\sum_j (s_j / \hat{m}_j)}{q} \quad (39)$$

und eine Iteration ist nicht erforderlich.

8.5.2.5 Für Beziehung II sind die Ausgangswerte $\hat{s}_{0j}$ die durch das Verfahren nach 8.4 bestimmten ursprünglichen Werte von s . Diese werden zur Berechnung von

$$W_{0j} = 1/(s_{0j})^2 \quad (j = 1, 2, \dots, q) \quad (40)$$

und zur Berechnung von a_1 und b_1 nach 8.5.6.2^{N1} verwendet. Dies führt zu

$$\hat{s}_{1j} = a_1 + b_1 \hat{m}_j \quad (41)$$

Die Berechnungen werden anschließend mit $W_{1j} = 1/\hat{s}_{1j}^2$ wiederholt, um

$$\hat{s}_{2j} = a_2 + b_2 \hat{m}_j \quad (42)$$

zu bestimmen.

Dasselbe Verfahren kann jetzt erneut mit den aus diesen Gleichungen ermittelten Gewichtungsfaktoren $W_{2j} = 1/\hat{s}_{2j}^2$ wiederholt werden, was jedoch nur zu unwesentlichen Veränderungen führt. Der Schritt von W_{0j} zu W_{1j} beseitigt effektiv Fehler in den Gewichtungen und die Gleichungen für $\hat{s}_{2j}$ sollten als Endergebnis betrachtet werden.

BEISPIEL 1 Tabelle 1 enthält ein Beispiel für die Anpassung der Beziehung I an die Wiederholpräzisionsdaten. Die Daten sind der Fallstudie C.3 entnommen und wurden hier nur zur Verdeutlichung des numerischen Verfahrens verwendet. Die Beziehungen werden ausführlicher in C.3 behandelt.

BEISPIEL 2 Tabelle 2 enthält ein Beispiel für die Anpassung der Beziehung II an die Wiederholpräzisionsdaten. Die Daten m_j, s_j sind dieselben wie für Tabelle 1.

8.5.3 Anpassung der Beziehung III

8.5.3.1 Für Beziehung III besteht der einfachste Ansatz darin, die beobachteten Varianzen s_j^2 als Funktion des Mittelwerts zum Quadrat anzupassen. Hieraus ergibt sich eine lineare Beziehung, in der der Schnittpunkt a_v^2 die Varianz des Nullmittelwerts ist und die Steigung b_v^2 kann als Quadratwert der relativen Standardabweichung gesehen werden, wenn m große Werte ergibt. Wie für die Beziehung II gilt auch hier: Auch wenn eine einfache lineare Regression einen nützlichen Schätzwert ergeben kann, erfordert ein guter Schätzwert eine gewichtete Regression und wie für die Beziehung II hängen die optimalen Gewichtungen von den angepassten Werten ab.

8.5.3.2 Ein ungefähres Verfahren für die Anpassung von Beziehung III vergleichbar mit 8.5.2 stellt sich wie folgt dar:

- i) Bei einem Gewichtungsfaktor W_{vj} entsprechend $1/\hat{s}_{Nj}^4$, wobei $N = 0, 1, 2 \dots$ für sukzessive Iterationen, lauten die berechneten Gleichungen:

$$T_{v1} = \sum_j W_{vj} \quad (43)$$

N1 Nationale Fußnote: Dieser Abschnitt existiert nicht.

$$T_{v2} = \sum_j W_{vj} \hat{m}_j^2 \quad (44)$$

$$T_{v3} = \sum_j W_{vj} \hat{m}_j^4 \quad (45)$$

$$T_{v4} = \sum_j W_{vj} s_j^2 \quad (46)$$

$$T_{v5} = \sum_j W_{vj} \hat{m}_j^2 s_j^2 \quad (47)$$

ii) Dann gilt für Beziehung III, $s_r^2 = a_v^2 + (b_v m)^2$:

$$a_v^2 = \frac{T_{v3}T_{v4} - T_{v2}T_{v5}}{T_{v1}T_{v3} - T_{v2}^2} \quad (48)$$

$$b_v^2 = \frac{T_{v1}T_{v5} - T_{v2}T_{v4}}{T_{v1}T_{v3} - T_{v2}^2} \quad (49)$$

iii) Die Ausgangswerte a_{1v}^2 und b_{1v}^2 werden anschließend genutzt, um die angepassten Werte von s_j vorherzusagen in Übereinstimmung mit

$$\hat{s}_{1j}^2 = a_{1v}^2 + b_{1v}^2 \hat{m}_j^2 \quad (50)$$

iv) Die Berechnungen i) bis iii) werden anschließend einmal mit $W_{1vj} = 1/\hat{s}_{1j}^4$ wiederholt, um die Beziehung zu erstellen.

$$\hat{s}_{2j}^2 = a_{2v}^2 + b_{2v}^2 \hat{m}_j^2 \quad (51)$$

Die resultierenden Gleichungen $\hat{s}_{2j}$ sollten als Endergebnis betrachtet werden.

ANMERKUNG Die Gewichtungen W_{vj} basieren auf der Annahme, dass für normal verteilte Daten die Verteilung der Stichprobenvarianz eine skalierte Chi-Quadrat-Verteilung ist, deren Varianz proportional zu σ^4 ist.

BEISPIEL Tabelle 3 enthält ein Beispiel für die Anpassung der Beziehung III an die Wiederholpräzisionsdaten. Die Daten m_j , s_j sind die gleichen wie für Tabelle 1 und dem Beispiel C.3 aus Anhang C entnommen.

8.5.4 Anpassung der Beziehung IV

8.5.4.1 Der Standardfehler von $\lg s$ ist unabhängig von s , sodass eine ungewichtete Regression von $\lg s$ auf $\lg \hat{m}$ angemessen ist.

8.5.4.2 Die Berechnungsgleichungen für die Beziehung IV lauten:

$$T_1 = \sum_j \lg \hat{m}_j \quad (52)$$

$$T_2 = \sum_j (\lg \hat{m}_j)^2 \quad (53)$$

$$T_3 = \sum_j \lg s_j \quad (54)$$

$$T_4 = \sum_j (\lg \hat{m}_j) (\lg s_j) \quad (55)$$

und daher

$$c = \frac{T_2 T_3 - T_1 T_4}{q T_2 - T_1^2} \quad (56)$$

und

$$d = \frac{q T_4 - T_1 T_3}{q T_2 - T_1^2} \quad (57)$$

BEISPIEL Tabelle 4 enthält ein Beispiel für die Anpassung der Beziehung IV an die Wiederholpräzisionsdaten. Die Daten m_j , s_j sind die gleichen wie für Tabelle 1 und dem Beispiel C.3 aus Anhang C entnommen.

Tabelle 1 — Beziehung I, $s = bm$

$\hat{m}_j$	3,94	8,28	14,18	15,59	20,41
s_j	0,092	0,179	0,127	0,337	0,393
$s_j/\hat{m}_j$	0,023 4	0,021 6	0,008 9	0,021 6	0,019 3
$b = \frac{\sum_k (s_j/\hat{m}_j)}{q}$	$\frac{0,094\ 8}{5} = 0,019$				
$s = bm$	0,075	0,157	0,269	0,296	0,388

Tabelle 2 — Beziehung II, $s = a + bm$

W_{0j}	118	31	62	8,8	6,5
$s_1 = 0,058 + 0,009\ 0\ m$					
$\hat{s}_{1j}$	0,093	0,132	0,185	0,197	0,240
W_{1j}	116	57	29	26	17
$s_2 = 0,030 + 0,015\ 4\ m$					
$\hat{s}_{2j}$	0,092	0,159	0,251	0,273	0,348
W_{2j}	118	40	16	13	8
$s_3 = 0,032 + 0,015\ 4\ m^a$					

Tabelle 2 (*fortgesetzt*)

$\hat{s}_{3j}$	0,093	0,160	0,251	0,273	0,348
ANMERKUNG Die Werte der Gewichtungsfaktoren sind nicht kritisch; zwei signifikante Stellen sind ausreichend.					
^a Die Differenz zu s_2 ist vernachlässigbar.					

Tabelle 3 — Beziehung III, $s^2 = a_v^2 + (b_v m)^2$

W_{0vj}	13 959	974	3 844	77,5	41,9
$s_1^2 = 0,088^2 + (0,008\ 5\ m)^2$					
$\hat{s}_{1j}$	0,094	0,113	0,150	0,160	0,195
W_{1vj}	12 603	6 126	1 985	1 537	687
$s_2^2 = 0,061^2 + (0,017\ 8\ m)^2$					
$\hat{s}_{2j}$	0,093	0,159	0,260	0,284	0,368
W_{2vj}	13 356	1 546	220	154	54
$s_3^2 = 0,063^2 + (0,017\ 8\ m)^{2a}$					
$\hat{s}_{3j}$	0,094	0,160	0,260	0,284	0,368
ANMERKUNG Die obigen Werte wurden mit absolut genauer Arithmetik berechnet und zu Präsentationszwecken gerundet.					
^a Die Differenz zu s_2 ist vernachlässigbar.					

Tabelle 4 — Beziehung IV, $\lg s = c + d \lg m$

$\lg \hat{m}_j$	+0,595	+0,918	+1,152	+1,193	+1,310
$\lg s_{0j}$	-1,036	-0,747	-0,896	-0,472	-0,406
$\lg s = -1,506\ 5 + 0,772 \lg m$ oder $s = 0,031\ m^{0,772}$					
s	0,089	0,158	0,239	0,257	0,316

8.6 Statistische Analyse als schrittweises Verfahren

ANMERKUNG Bild 3 enthält eine schrittweise Darstellung des in 8.6 beschriebenen Verfahrens.

8.6.1 Alle verfügbaren Prüfergebnisse werden in einem Formular, dem Formular A aus Bild 2, (siehe 8.2) zusammengefasst. Es wird empfohlen, dieses Formular in p Reihen, indexiert als $i = 1, 2, \dots, p$ (steht für p Labore, die Daten beigesteuert haben) und q Spalten, indexiert als $j = 1, 2, \dots, q$ (steht für q Bereiche in aufsteigender Reihenfolge) anzuordnen.

In einem Experiment mit einheitlichen Bereichen müssen die Prüfergebnisse innerhalb einer Zelle des Formulars A nicht unterschieden und dürfen in jede gewünschte Reihenfolge gesetzt werden.

8.6.2 Formular A wird auf offensichtliche Unregelmäßigkeiten geprüft. Offensichtlich fehlerhafte Daten werden untersucht und gegebenenfalls aussortiert (z. B. Daten außerhalb des Bereichs des Messinstruments oder Daten, die aus technischen Gründen unmöglich sind) und der Prüfergruppe übergeben. Manchmal ist direkt erkennbar, dass die Prüfergebnisse eines bestimmten Labors oder in einer bestimmten Zelle nicht mit den anderen Daten konsistent sind. Solche offensichtlich inkonsistenten Daten müssen unverzüglich aussortiert werden. Ihre Anwesenheit muss der Prüfergruppe jedoch zur weiteren Betrachtung gemeldet werden (siehe 8.7.1).

8.6.3 Aus dem in Übereinstimmung mit 8.6.2 korrigierten Formular A wird gegebenenfalls Formular B mit den Zellenmittelwerten und Formular C mit den Messwerten des Spreads innerhalb der Zelle berechnet.

Wenn eine Zelle in Formular A nur ein einziges Prüfergebnis enthält, sollte eine der Optionen nach 8.4.3 angewendet werden.

8.6.4 Die Mandel-Plots h und k werden wie in 8.3.1 beschrieben erstellt und auf Konsistenz der Daten untersucht. Diese Plots können die Eignung der Daten für die weitere Analyse sowie die Anwesenheit möglicher Ausreißerwerte oder -labore anzeigen. In dieser Phase werden jedoch noch keine endgültigen Entscheidungen getroffen. Solche Entscheidungen werden bis zum Abschluss von 8.6.5 bis 8.6.9 verschoben.

8.6.5 Die Formulare B und C (siehe Bild 2) werden Bereich für Bereich auf mögliche Nachzügler und/oder statistische Ausreißer untersucht [siehe 8.3.3.1 a)]. Die statistischen Prüfungen nach 8.3 werden auf alle zweifelhaften Punkte angewendet. Nachzügler werden mit einem einzelnen Sternchen und statistische Ausreißer werden mit einem doppelten Sternchen gekennzeichnet. Wenn keine Nachzügler oder statistischen Ausreißer vorliegen, werden die Schritte 8.6.6 bis 8.6.10 ignoriert und es wird direkt mit 8.6.11 fortgefahren.

8.6.6 Es wird geprüft, ob eine technische Erklärung für die Nachzügler und/oder statistischen Ausreißer besteht oder bestehen kann, und eine solche Erklärung wird nach Möglichkeit geprüft. Solche zufriedenstellend erklärten Nachzügler und/oder statistischen Ausreißer werden gegebenenfalls korrigiert oder aussortiert und die entsprechenden Korrekturen werden auf die Formulare angewendet. Wenn keine Nachzügler oder statistischen Ausreißer vorliegen, die nicht erklärt wurden, werden die Schritte 8.6.7 bis 8.6.10 ignoriert und es wird direkt mit 8.6.11 fortgefahren.

Eine große Anzahl an Nachzüglern und/oder statistischen Ausreißern kann auf eine ausgeprägte Varianzheterogenität oder ausgeprägte Unterschiede zwischen Laboren hindeuten und daher Zweifel an der Eignung des Messverfahrens wecken. Dies sollte der Prüfergruppe gemeldet werden.

8.6.7 Wenn die Verteilung der unerklärten Nachzügler oder statistischen Ausreißer in Formular B oder C nicht auf Ausreißerlabore hindeutet (siehe 8.2.5), wird Schritt 8.6.8 ignoriert und es wird direkt mit 8.6.9 fortgefahren.

8.6.8 Wenn der Nachweis gegen vermutete Ausreißerlabore als eindeutig genug gilt, um die Ablehnung einiger oder aller Daten dieser Labore zu rechtfertigen, werden die betreffenden Daten aussortiert und der Prüfergruppe gemeldet. Die Entscheidung, einige oder alle Daten eines bestimmten Labors abzulehnen, unterliegt der Verantwortung des Statistikexperten, der die Analyse ausführt, muss jedoch der Prüfergruppe zur weiteren Betrachtung gemeldet werden (siehe 8.7.1).

8.6.9 Wenn Nachzügler und/oder statistische Ausreißer verbleiben, die nicht erklärt oder einem Ausreißerlabor zugeordnet wurden, werden die statistischen Ausreißer aussortiert und die Nachzügler behalten.

8.6.10 Wenn in einem der vorherigen Schritte ein Eintrag in Formular B abgelehnt wurde, muss der entsprechende Eintrag in Formular C ebenfalls abgelehnt werden und umgekehrt.

8.6.11 Aus den als korrekt in den Formularen B und C ausgewählten Einträgen werden anhand der Verfahren nach 8.4 für jeden Bereich separat der Mittelwertbereich $\bar{m}_j$ und die Wiederhol- und Vergleichstandardabweichungen berechnet.

8.6.12 Wenn für das Experiment nur ein einziger Bereich verwendet oder entschieden wurde, dass die Wiederhol- und Vergleichstandardabweichungen für jeden Bereich separat angegeben werden sollten (siehe 8.5.1) und nicht als Funktion des Bereichs, wird Unterabschnitt 8.6.13 ignoriert und es wird direkt mit 8.6.14 fortgefahren.

8.6.13 Die Schritte 1) bis 6) unten werden separat auf s_r und s_R angewendet.

ANMERKUNG Aus Gründen der Kürze werden die Schritte 1) bis 5) nur im Hinblick auf s_r ausgeschrieben.

1) s_j wird gegen $\hat{m}_j$ geplottet und anhand dieses Plots wird beurteilt, ob s von m abhängt oder nicht. Wenn s als von m abhängig angesehen wird, wird Schritt 2) ignoriert und es wird mit Schritt 3) fortgefahren. Wenn s als unabhängig von m angesehen wird, wird mit Schritt 2) fortgefahren. Im Zweifelsfall ist es besser, beide Fälle auszuarbeiten und die Prüfergruppe entscheiden zu lassen. Es besteht keine sinnvolle statistische Prüfung für dieses Problem. Die mit dem Messverfahren vertrauten technischen Experten sollten jedoch über ausreichend Erfahrung verfügen, um eine Entscheidung zu treffen.

2) Gleichung (58) wird angewendet,

$$\frac{1}{q} \sum_j s_j = s_r \quad (58)$$

um den endgültigen Wert der Wiederholstandardabweichung zu berechnen. Die Schritte 3) bis 6) werden ignoriert und es wird direkt mit 8.6.14 fortgefahren.

3) Es wird anhand des Plots von s gegen m von s^2 und m^2 beurteilt, ob die Beziehungen zwischen s und m oder zwischen s^2 und m^2 durch eine gerade Linie dargestellt werden können, und wenn ja, ob Beziehung I ($s = bm$), Beziehung II ($s = a + bm$) oder Beziehung III ($s_j^2 = a_v^2 + (b_v m)^2$) geeignet ist (siehe 8.5.1). Für die Beziehungen I und II werden der Parameter b oder die beiden Parameter a und b durch das Verfahren nach 8.5.2 bestimmt. Für die Beziehung III wird das Verfahren nach 8.5.3 verwendet. Wenn eine dieser Beziehungen als zufriedenstellend gilt, wird Schritt 4) ignoriert und es wird direkt mit Schritt 5) fortgefahren. Falls nicht, wird mit Schritt 4) fortgefahren.

4) $\lg s_j$ wird gegen $\lg \hat{m}$ geplottet und es wird beurteilt, ob die Beziehung zwischen $\lg s$ und $\lg m$ angemessen durch eine gerade Linie dargestellt werden kann. Gilt dies als zufriedenstellend, wird die Beziehung IV ($\lg s = c + d \lg m$) anhand des Verfahrens nach 8.5.4 angepasst.

5) Wenn in Schritt 3) oder 4) eine zufriedenstellende Beziehung erstellt wurde, sind die endgültigen Werte von s_r (oder s_R) die aus dieser Beziehung für die gegebenen Werte von m erhaltenen geglätteten Werte. Schritt 6) wird ignoriert und es wird mit 8.6.14 fortgefahren.

6) Wenn keine zufriedenstellende Beziehung in Schritt 3) oder 4) erstellt wurde, sollte der Statistikexperte entscheiden, ob eine andere Beziehung zwischen s und m erstellt werden kann, oder andernfalls, ob die Daten so unregelmäßig sind, dass die Erstellung einer funktionalen Beziehung als unmöglich gilt. Wenn die Daten zu unregelmäßig sind, um eine funktionale Beziehung herzustellen, dürfen Genauigkeitswerte separat für jeden Bereich angegeben werden.

8.6.14 Es wird ein Bericht erstellt, der die Ausgangsdaten und die Ergebnisse und Schlussfolgerungen aus der statistischen Analyse enthält, und der Prüfergruppe vorgelegt. Die grafischen Darstellungen in 8.3.2 können für die Präsentation der Konsistenz oder Variabilität der Ergebnisse hilfreich sein.

8.7 Bericht an die Prüfergruppe und von der Prüfergruppe zu treffende Entscheidungen

8.7.1 Bericht des Statistikexperten

Nach Abschluss der statistischen Analyse sollte der Statistikexperte einen Bericht erstellen, der der Prüfergruppe vorzulegen ist. Dieser Bericht sollte die folgenden Informationen enthalten:

- a) eine vollständige Aufstellung der von den Bedienern und/oder Versuchsleitern erhaltenen Beobachtungen bezüglich der Norm für das Messverfahren;
- b) eine vollständige Aufstellung der Labore, die als Ausreißerlabore in den Schritten 8.6.2 und 8.6.8 abgelehnt wurden, und die Gründe für ihre Ablehnung;
- c) eine vollständige Aufstellung aller Nachzügler und/oder statistischen Ausreißer, die entdeckt wurden und ob diese erklärt und korrigiert oder aussortiert wurden;
- d) ein Formular der endgültigen Ergebnisse $\hat{m}_j$, s_r und s_R und eine Aufstellung der in Schritt 8.6.13 getroffenen Schlussfolgerungen, dargestellt durch einen der in diesen Schritten empfohlenen Plots;
- e) die in der statistischen Analyse verwendeten Formulare A, B und C (Bild 2), möglicherweise als Anhang.

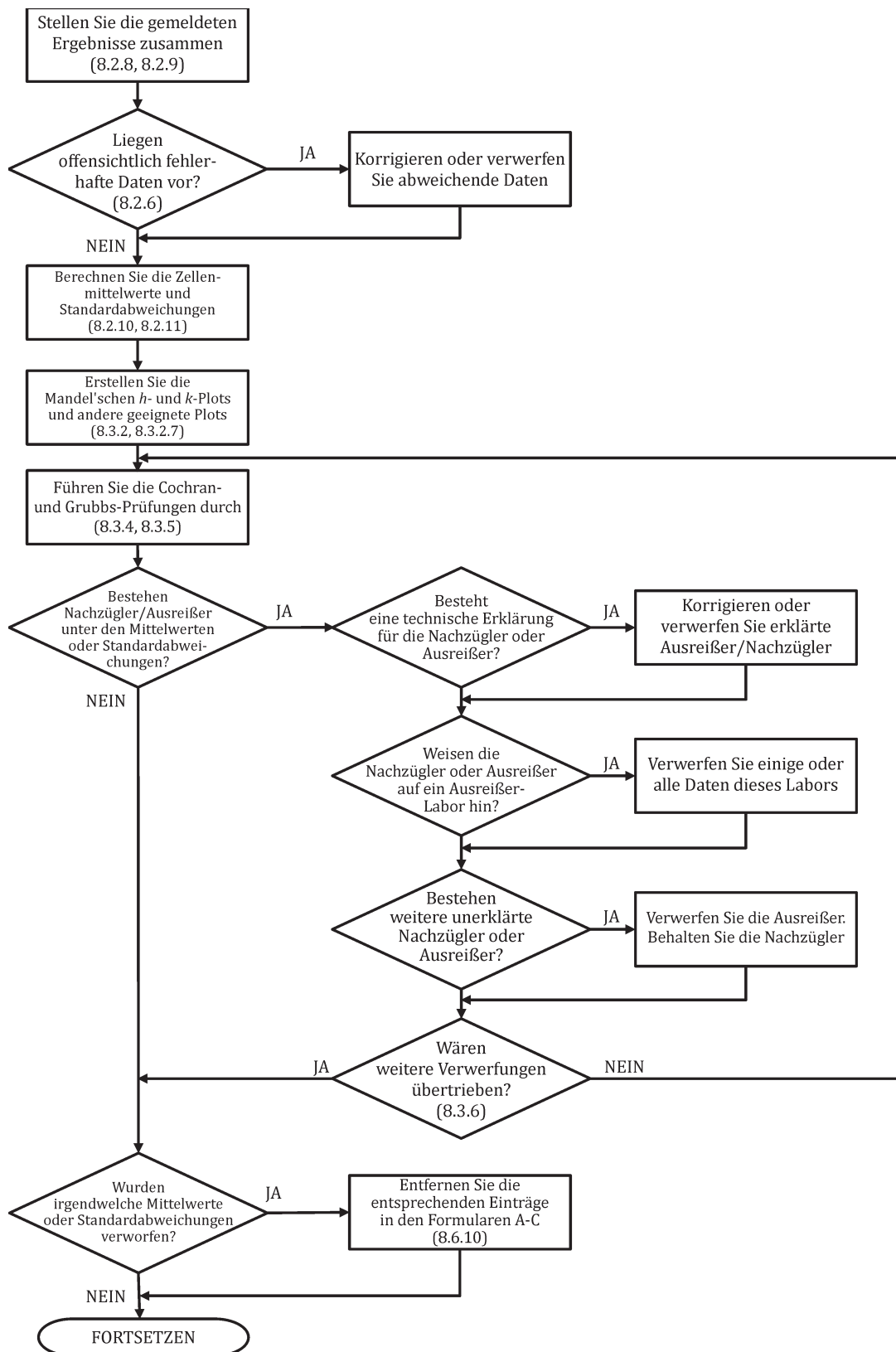
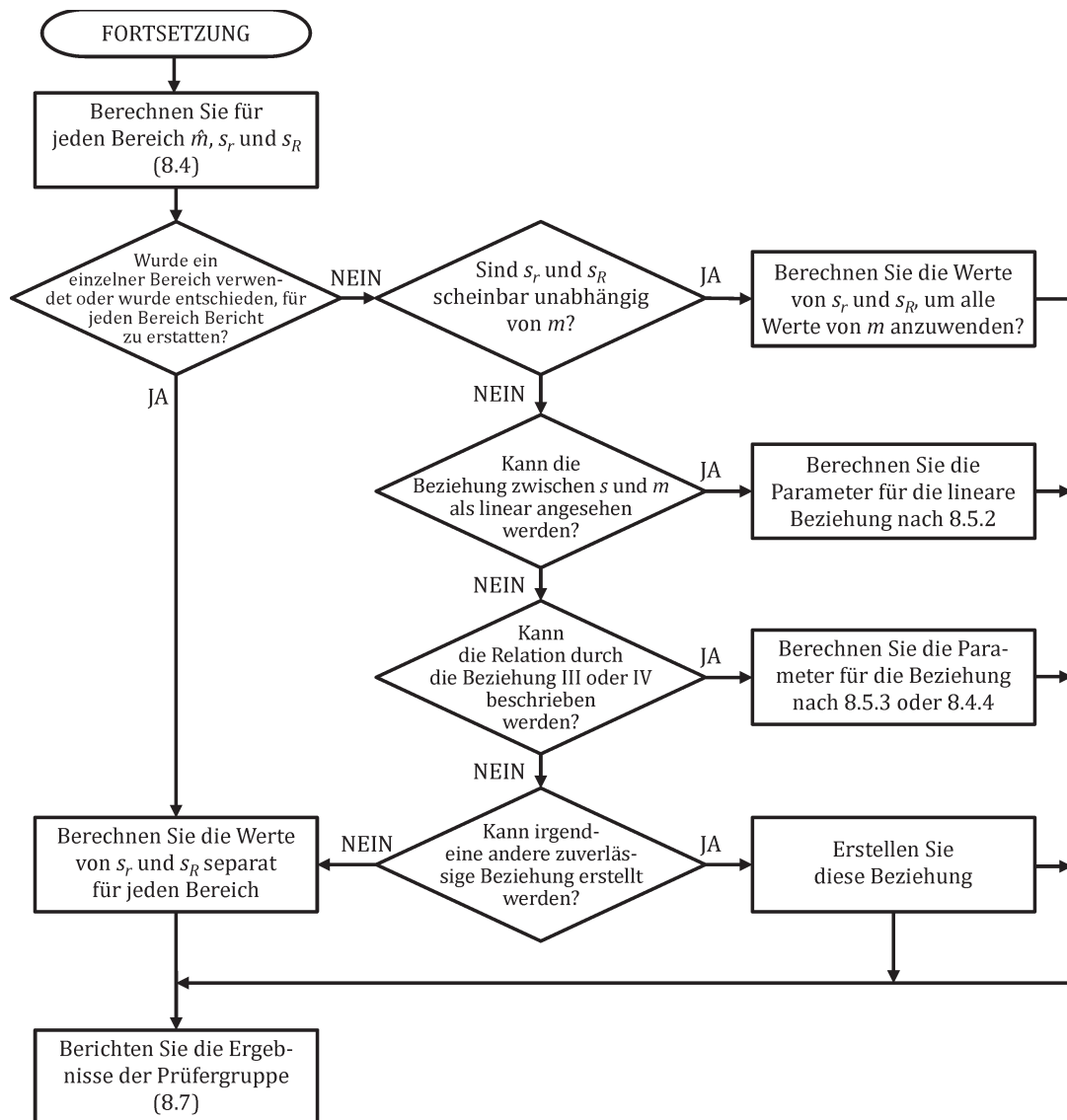


Bild 3 — Flussdiagramm der Hauptschritte der statistischen Analyse (1 von 2)



(2 von 2)

Bild 3 — Flussdiagramm der Hauptschritte der statistischen Analyse

8.7.2 Von der Prüfergruppe zu treffende Entscheidungen

Die Prüfergruppe sollte anschließend diesen Bericht besprechen und Entscheidungen zu den folgenden Fragen treffen.

- Sind die abweichenden Ergebnisse Nachzügler oder Ausreißer, sofern zutreffend, aufgrund von Mängeln in der Beschreibung der Norm für das Messverfahren?
- Welche Maßnahmen sollten im Hinblick auf die abgelehnten Ausreißerlabore getroffen werden?
- Deuten die Ergebnisse der Ausreißerlabore und/oder die von den Bedienern und Versuchsleitern erhaltenen Kommentare auf ein Erfordernis hin, die Norm für das Messverfahren zu verbessern? Wenn ja, welche Verbesserungen sind erforderlich?

- d) Rechtfertigen die Ergebnisse des Genauigkeitsexperiments die Bildung der Werte der Wiederholstandardabweichung und der Vergleichstandardabweichung? Wenn ja, welche Werte sind das, in welcher Form sollten sie veröffentlicht werden und in welcher Region gelten die Genauigkeitsdaten?

8.7.3 Vollständiger Bericht

Der Leiter sollte einen Bericht mit Angabe der Gründe für die Arbeit und Beschreibung ihrer Organisation einschließlich des Berichts des Statistikers und mit Beschreibung der vereinbarten Schlussfolgerungen erstellen und der Prüfergruppe zur Genehmigung vorlegen. Eine grafische Darstellung der Konsistenz oder Variabilität ist oftmals hilfreich. Der Bericht sollte an die verantwortlichen Personen für die Genehmigung der Arbeit und andere interessierte Parteien weitergeleitet werden.

9 Statistische Tabellen

9.1 Kritische Werte für die Cochran-Prüfung (siehe 8.3.4) sind in Tabelle 5 angegeben.

9.2 Kritische Werte für die Grubbs-Prüfung (siehe 8.3.5) sind in Tabelle 6 angegeben.

Für die Grubbs-Prüfung für eine Ausreißerbeobachtung ergeben Ausreißer und Nachzügler Werte, die größer sind als die tabellierten kritischen Werte für 1 % und 5 %.

Für die Grubbs-Prüfung für zwei Ausreißerbeobachtungen ergeben Ausreißer und Nachzügler Werte, die kleiner sind als die tabellierten kritischen Werte für 1 % und 5 %.

9.3 Indikatoren für die Mandel'schen h - und k -Statistiken (siehe 8.3.2) sind in Tabelle 7 und Tabelle 8 angegeben.

Tabelle 5 — Kritische Werte für die Cochran-Prüfung

p	$n = 2$		$n = 3$		$n = 4$		$n = 5$		$n = 6$	
	1 %	5 %	1 %	5 %	1 %	5 %	1 %	5 %	1 %	5 %
2	—	—	0,995	0,975	0,979	0,939	0,959	0,906	0,937	0,877
3	0,993	0,967	0,942	0,871	0,883	0,798	0,834	0,746	0,793	0,707
4	0,968	0,906	0,864	0,768	0,781	0,684	0,721	0,629	0,676	0,590
5	0,928	0,841	0,788	0,684	0,696	0,598	0,633	0,544	0,588	0,506
6	0,883	0,781	0,722	0,616	0,626	0,532	0,564	0,480	0,520	0,445
7	0,838	0,727	0,664	0,561	0,568	0,480	0,508	0,431	0,466	0,397
8	0,794	0,680	0,615	0,516	0,521	0,438	0,463	0,391	0,423	0,360
9	0,754	0,638	0,573	0,478	0,481	0,403	0,425	0,358	0,387	0,329
10	0,718	0,602	0,536	0,445	0,447	0,373	0,393	0,331	0,357	0,303
11	0,684	0,570	0,504	0,417	0,418	0,348	0,366	0,308	0,332	0,281
12	0,653	0,541	0,475	0,392	0,392	0,326	0,343	0,288	0,310	0,262
13	0,624	0,515	0,450	0,371	0,369	0,307	0,322	0,271	0,291	0,243
14	0,599	0,492	0,427	0,352	0,349	0,291	0,304	0,255	0,274	0,232
15	0,575	0,471	0,407	0,335	0,332	0,276	0,288	0,242	0,259	0,220
16	0,553	0,452	0,388	0,319	0,316	0,262	0,274	0,230	0,246	0,208
17	0,532	0,434	0,372	0,305	0,301	0,250	0,261	0,219	0,234	0,198

Tabelle 5 (fortgesetzt)

p	$n = 2$		$n = 3$		$n = 4$		$n = 5$		$n = 6$	
	1 %	5 %	1 %	5 %	1 %	5 %	1 %	5 %	1 %	5 %
18	0,514	0,418	0,356	0,293	0,288	0,240	0,249	0,209	0,223	0,189
19	0,496	0,403	0,343	0,281	0,276	0,230	0,238	0,200	0,214	0,181
20	0,480	0,389	0,330	0,270	0,265	0,220	0,229	0,192	0,205	0,174
21	0,465	0,377	0,318	0,261	0,255	0,212	0,220	0,185	0,197	0,167
22	0,450	0,365	0,307	0,252	0,246	0,204	0,212	0,178	0,189	0,160
23	0,437	0,354	0,297	0,243	0,238	0,197	0,204	0,172	0,182	0,155
24	0,425	0,343	0,287	0,235	0,230	0,191	0,197	0,166	0,176	0,149
25	0,413	0,334	0,278	0,228	0,222	0,185	0,190	0,160	0,170	0,144
26	0,402	0,325	0,270	0,221	0,215	0,179	0,184	0,155	0,164	0,140
27	0,391	0,316	0,262	0,215	0,209	0,173	0,179	0,150	0,159	0,135
28	0,382	0,308	0,255	0,209	0,202	0,168	0,173	0,146	0,154	0,131
29	0,372	0,300	0,248	0,203	0,196	0,164	0,168	0,142	0,150	0,127
30	0,363	0,293	0,241	0,198	0,191	0,159	0,164	0,138	0,145	0,124
31	0,355	0,286	0,235	0,193	0,186	0,155	0,159	0,134	0,141	0,120
32	0,347	0,280	0,229	0,188	0,181	0,151	0,155	0,131	0,138	0,117
33	0,339	0,273	0,224	0,184	0,177	0,147	0,151	0,127	0,134	0,114
34	0,332	0,267	0,218	0,179	0,172	0,144	0,147	0,124	0,131	0,111
35	0,325	0,262	0,213	0,175	0,168	0,140	0,144	0,121	0,127	0,108
36	0,318	0,256	0,208	0,172	0,165	0,137	0,140	0,118	0,124	0,106
37	0,312	0,251	0,204	0,168	0,161	0,134	0,137	0,116	0,121	0,103
38	0,306	0,246	0,200	0,164	0,157	0,131	0,134	0,113	0,119	0,101
39	0,300	0,242	0,196	0,161	0,154	0,129	0,131	0,111	0,116	0,099
40	0,294	0,237	0,192	0,158	0,151	0,126	0,128	0,108	0,114	0,097

p = Anzahl der Labore in einem gegebenen Bereich
 n = Anzahl der Prüfergebnisse pro Zelle (siehe 8.3.4.3)

ANMERKUNG Anhang D bietet basierend auf Literaturhinweis [16] ein Verfahren zur Berechnung dieser kritischen Werte in einer Software.

Tabelle 6 — Kritische Werte für die Grubbs-Prüfung

p	Ein größter oder ein kleinster Wert		Zwei größte oder zwei kleinste Werte	
	Obere 1 %	Obere 5 %	Untere 1 %	Untere 5 %
3	1,155	1,155	—	—
4	1,496	1,481	0,000 0	0,000 2
5	1,764	1,715	0,001 8	0,009 0
6	1,973	1,887	0,011 6	0,034 9

Tabelle 6 (fortgesetzt)

p	Ein größter oder ein kleinster Wert		Zwei größte oder zwei kleinste Werte	
	Obere 1 %	Obere 5 %	Untere 1 %	Untere 5 %
7	2,139	2,020	0,030 8	0,070 8
8	2,274	2,126	0,056 3	0,110 1
9	2,387	2,215	0,085 1	0,149 2
10	2,482	2,290	0,115 0	0,186 4
11	2,564	2,355	0,144 8	0,221 3
12	2,636	2,412	0,173 8	0,253 7
13	2,699	2,462	0,201 6	0,283 6
14	2,755	2,507	0,228 0	0,311 2
15	2,806	2,549	0,253 0	0,336 7
16	2,852	2,585	0,276 7	0,360 3
17	2,894	2,620	0,299 0	0,382 2
18	2,932	2,651	0,320 0	0,402 5
19	2,968	2,681	0,339 8	0,421 4
20	3,001	2,709	0,358 5	0,439 1
21	3,031	2,733	0,376 1	0,455 6
22	3,060	2,758	0,392 7	0,471 1
23	3,087	2,781	0,408 5	0,485 7
24	3,112	2,802	0,423 4	0,499 4
25	3,135	2,822	0,437 6	0,512 3
26	3,157	2,841	0,451 0	0,524 5
27	3,178	2,859	0,463 8	0,536 0
28	3,199	2,876	0,475 9	0,547 0
29	3,218	2,893	0,487 5	0,557 4
30	3,236	2,908	0,498 5	0,567 2
31	3,253	2,924	0,509 1	0,576 6
32	3,270	2,938	0,519 2	0,585 6
33	3,286	2,952	0,528 8	0,594 1
34	3,301	2,965	0,538 1	0,602 3
35	3,316	2,979	0,546 9	0,610 1
36	3,330	2,991	0,555 4	0,617 5
37	3,343	3,003	0,563 6	0,624 7
38	3,356	3,014	0,571 4	0,631 6
39	3,369	3,025	0,578 9	0,638 2

Tabelle 6 (fortgesetzt)

p	Ein größter oder ein kleinster Wert		Zwei größte oder zwei kleinste Werte	
	Obere 1 %	Obere 5 %	Untere 1 %	Untere 5 %
40	3,381	3,036	0,586 2	0,644 5

Nachdruck mit freundlicher Genehmigung der American Statistical Association, aus Literaturhinweis [4].
 p = Anzahl der Labore in einem gegebenen Bereich
ANMERKUNG 1 Die in dieser Tabelle angegebenen kritischen Werte eignen sich, wenn zweiseitige Prüfungen erforderlich sind. Hierbei handelt es sich um kritische Werte, die von dem Verfahren zur Anwendung der Grubbs-Ausreißerprüfung nach 8.3.5 in diesem Dokument benötigt werden. Sie wurden aus den kritischen Werten für die entsprechenden einseitigen Prüfungen nach Literaturhinweis [5] abgeleitet.
ANMERKUNG 2 Anhang D bietet basierend auf Literaturhinweis [16] ein Verfahren zur Berechnung dieser kritischen Werte in einer Software aus anderen bekannten Verteilungen.

Tabelle 7 — Indikatoren für die Mandel'schen h - und k -Statistiken bei 1 % Signifikanzniveau

p	h	k								
		n								
		2	3	4	5	6	7	8	9	10
3	1,15	1,71	1,64	1,58	1,53	1,49	1,46	1,43	1,41	1,39
4	1,49	1,91	1,77	1,67	1,60	1,55	1,51	1,48	1,45	1,43
5	1,72	2,05	1,85	1,73	1,65	1,59	1,55	1,51	1,48	1,46
6	1,87	2,14	1,90	1,77	1,68	1,62	1,57	1,53	1,50	1,47
7	1,98	2,20	1,94	1,79	1,70	1,63	1,58	1,54	1,51	1,48
8	2,06	2,25	1,97	1,81	1,71	1,65	1,59	1,55	1,52	1,49
9	2,13	2,29	1,99	1,82	1,73	1,66	1,60	1,56	1,53	1,50
10	2,18	2,32	2,00	1,84	1,74	1,66	1,61	1,57	1,53	1,50
11	2,22	2,34	2,01	1,85	1,74	1,67	1,62	1,57	1,54	1,51
12	2,25	2,36	2,02	1,85	1,75	1,68	1,62	1,58	1,54	1,51
13	2,27	2,38	2,03	1,86	1,76	1,68	1,63	1,58	1,55	1,52
14	2,30	2,39	2,04	1,87	1,76	1,69	1,63	1,58	1,55	1,52
15	2,32	2,41	2,05	1,87	1,76	1,69	1,63	1,59	1,55	1,52
16	2,33	2,42	2,05	1,88	1,77	1,69	1,63	1,59	1,55	1,52
17	2,35	2,44	2,06	1,88	1,77	1,69	1,64	1,59	1,55	1,52
18	2,36	2,44	2,06	1,88	1,77	1,70	1,64	1,59	1,56	1,52
19	2,37	2,44	2,07	1,89	1,78	1,70	1,64	1,59	1,56	1,53
20	2,39	2,45	2,07	1,89	1,78	1,70	1,64	1,60	1,56	1,53
21	2,39	2,46	2,07	1,89	1,78	1,70	1,64	1,60	1,56	1,53
22	2,40	2,46	2,08	1,90	1,78	1,70	1,65	1,60	1,56	1,53
23	2,41	2,47	2,08	1,90	1,78	1,71	1,65	1,60	1,56	1,53
24	2,42	2,47	2,08	1,90	1,79	1,71	1,65	1,60	1,56	1,53