

Dieses Dokument ist urheberrechtlich geschützt. Die Vervielfältigung – auch auszugsweise – bedarf der ausdrücklichen Genehmigung des Kunststoff-Instituts Lüdenscheid (K.I.M.W.).




5 Gründe, an Ringversuchen teilzunehmen

Dr. Andreas Balster, Deutsches Institut für Ringversuche



Daten & Fakten

- ▶ Das Kunststoff-Institut Lüdenscheid unterstützt Sie bei
 - der Auswahl
 - der Entwicklung
 - der Optimierung und Umsetzung

von Produkten, Werkzeugen und Prozessabläufen im gesamten Bereich der Kunststofftechnik




- ▶ Das Institut finanziert sich ausschließlich über Dienstleistungen in Form von Beratungen, Verbund- und Entwicklungsprojekten
- ▶ Die Trägergesellschaft mit über fast 300 aktiven Mitgliedern aus Europa stellt den Mehrheitsgesellschafter dar




© Kunststoff-Institut Lüdenscheid | testXpo 2017, Ulm | 2

Dieses Dokument ist urheberrechtlich geschützt. Die Vervielfältigung – auch auszugsweise – bedarf der ausdrücklichen Genehmigung des Kunststoff-Instituts Lüdenschied (K.I.M.W.).


Schnelle, kompetente Lösungen für die Kunststoffindustrie

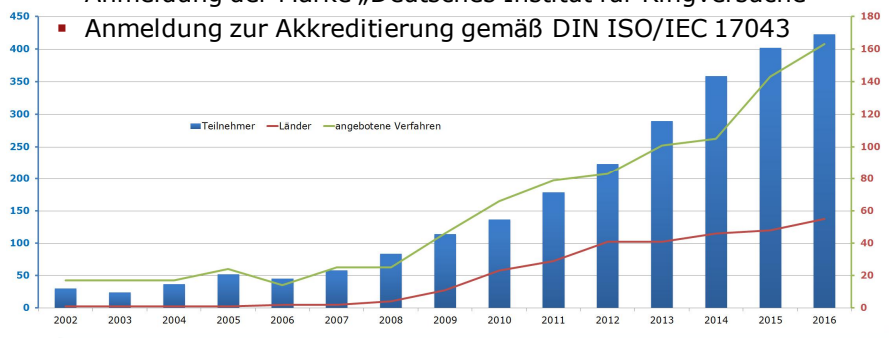
Kunststoff-Institut Lüdenschied

© Kunststoff-Institut Lüdenschied | testXpo 2017, Ulm | 3

Deutsches Institut für Ringversuche



- ▶ 2002: Erste Ringversuche des Kunststoff-Instituts („Eigenbedarf“)
- ▶ 2006: Erster Teilnehmer außerhalb D
- ▶ 2010: Erste Teilnehmer außerhalb Europas
- ▶ 2016: Erstmals über 400 teilnehmende Laboratorien
- ▶ 2017:
 - Anmeldung der Marke „Deutsches Institut für Ringversuche“
 - Anmeldung zur Akkreditierung gemäß DIN ISO/IEC 17043



Jahr	Teilnehmer	Länder	angebotene Verfahren
2002	30	1	5
2003	30	1	5
2004	40	1	5
2005	50	1	5
2006	50	2	5
2007	60	2	5
2008	80	3	5
2009	110	4	10
2010	140	5	15
2011	180	6	20
2012	220	7	25
2013	280	8	30
2014	350	9	35
2015	400	10	40
2016	420	11	45

© Kunststoff-Institut Lüdenschied | testXpo 2017, Ulm | 4

K KUNSTSTOFF
I N S T I T U T
L Ü D E N S C H I E D

WAS SIND RINGVERSUCHE?

testXpo 2017, Ulm 5

Deutsches Institut für Ringversuche

K KUNSTSTOFF
I N S T I T U T
L Ü D E N S C H I E D

Was sind Ringversuche?

- ▶ Ringversuche stellen eine Möglichkeit der externen Qualitätssicherung dar
- ▶ Einer Gruppe von Laboratorien wird eine Mess-, Prüf- oder Analyseaufgabe gestellt
- ▶ Jedes teilnehmende Labor erhält
 - die gleiche Probe
 - dieselben Informationen
 - denselben Zeitraum zur Durchführung



Quelle: Kunststoff-Institut Lüdenschied

© Kunststoff-Institut Lüdenschied | testXpo 2017, Ulm | 6

Dieses Dokument ist urheberrechtlich geschützt. Die Vervielfältigung – auch auszugsweise – bedarf der ausdrücklichen Genehmigung des Kunststoff-Instituts Lüdenscheld (K.I.M.W.).

Deutsches Institut für Ringversuche



- ▶ Ein Ringversuch wird von einer zentralen Stelle aus organisiert und verwaltet. Diese kümmert sich...
 - um die Auswahl und fachlich korrekte Beschreibung und Organisation des jeweiligen Verfahrens
 - um die Auswahl, Vorbereitung und den Versand geeigneten Probenmaterials
 - um die Anmeldung und die Betreuung der teilnehmenden Labore, insbesondere im Sinne der Wahrung
 - der Neutralität und Objektivität
 - der Anonymität der Teilnehmer
 - um die möglichst fehlerfreie Datenübertragung
 - um eine korrekte statistische Bewertung der Resultate
 - um eine aussagekräftige Datenaufbereitung und -interpretation



Quelle: Kunststoff-Institut Lüdenscheld

© Kunststoff-Institut Lüdenscheld
| testXpo 2017, Ulm
| 7

Deutsches Institut für Ringversuche



Was sind Ringversuche?

- ▶ Ein Ringversuch läuft in der Regel nach folgendem Schema ab:



```

graph TD
    A[Entwicklung des Ringversuchs] -- Ausschreibung --> B[Anmeldung von Teilnehmern]
    B --> C[Versand von Proben und Anweisungen]
    C --> D[Ermittlung und Rücksendung von Ergebnissen]
    D --> E[Statistische Auswertung]
    E --> F[Bekanntgabe der Ergebnisse]
    F --> A
    subgraph "Teilnehmendes Labor"
        D
    end
    
```

Prüfnorm
 Zielgruppe
 Randbedingungen
 Zeitrahmen
 Proben / Materialien
 Kosten

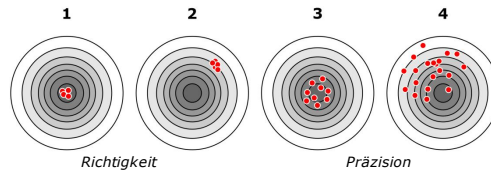
© Kunststoff-Institut Lüdenscheld
| testXpo 2017, Ulm
| 8

Deutsches Institut für Ringversuche



Wie wird das Ergebnis von Ringversuchen angegeben?

- ▶ Jedes Verfahren unterliegt einer bestimmten möglichen erreichbaren *Präzision*, die aus der Gesamtheit der Ergebnisse aller Teilnehmer ersichtlich wird



Quelle: Kunststoff-Institut Lüdenscheid

- ▶ Nach Eliminierung von *Ausreißern* wird durch Bildung des Mittelwerts der beste Schätzwert für den *wahren Wert* bestimmt
- ▶ Jedes Labor zeigt in seinen Ergebnissen eine gewisse Abweichung vom besten Schätzwert, deren Ausmaß die Laborleistung ausdrückt
- ▶ Das Ergebnis wird so angegeben, dass die durch die Methode und die Materialproben verursachten Streuungen ausgeklammert werden.



WOZU RINGVERSUCHE?

Deutsches Institut für Ringversuche



Grund Nr. 1:

Für DIN ISO/IEC 17025 akkreditierte Laboratorien ist die regelmäßige Teilnahme an Ringversuchen obligatorisch

Pflicht für akkreditierte Laboratorien



DIN EN ISO/IEC 17025

7.7.2


Das Laboratorium muss, sofern verfügbar und zweckmäßig, die Qualität der Leistung des Laboratoriums durch Vergleich mit den Ergebnissen anderer Laboratorien überwachen. Diese Überwachung muss geplant und geprüft werden und muss unter anderem eine Auswahl aus der folgenden Liste beinhalten:

a) Teilnahme an Eignungsprüfungen;

[...]

b) Teilnahme an Programmen von Vergleichen zwischen Laboratorien, die keine Eignungsprüfungen sind.

Dieses Dokument ist urheberrechtlich geschützt. Die Vervielfältigung – auch auszugsweise – bedarf der ausdrücklichen Genehmigung des Kunststoff-Instituts Lüdenschied (K.I.M.W.).

Deutsches Institut für Ringversuche


Grund Nr. 2:

Ergebnisse aus Ringversuchen können (z.B. gegenüber Kunden) als Kompetenznachweis verwendet werden

© Kunststoff-Institut Lüdenschied
| testXpo 2017, Ulm
| 13

Ringversuche als Marketinginstrument


- ▶ Eine akkurate Laborleistung, die von unabhängiger Seite bestätigt wird, ist die beste Werbung, die ein kommerziell arbeitendes Labor sich wünschen kann
- ▶ In sicherheitskritischen Anwendungen und Branchen können unzureichende Laborleistungen umgekehrt ein Ausschlusskriterium sein
 - Dies ist *kein* Argument *gegen* Ringversuche ☺
- ▶ Allein der Umstand, dass ein Labor sich freiwillig einer Leistungsüberprüfung unterzieht, kann ausschlaggebend für einen Auftraggeber sein




Quelle: Kunststoff-Institut Lüdenschied

© Kunststoff-Institut Lüdenschied
| testXpo 2017, Ulm
| 14

Dieses Dokument ist urheberrechtlich geschützt. Die Vervielfältigung – auch auszugsweise – bedarf der ausdrücklichen Genehmigung des Kunststoff-Instituts Lüdenscheld (K.I.M.W.).

Deutsches Institut für Ringversuche




Grund Nr. 3:


**Es gibt keine bessere Möglichkeit,
die eigene Laborleistung objektiv zu überprüfen**

© Kunststoff-Institut Lüdenscheld | testXpo 2017, Ulm | 15

Deutsches Institut für Ringversuche



- ▶ Woher wissen Sie, dass das, was Sie messen, korrekt ist?
 - Werkskalibrierung?
 - DAkkS-Kalibrierscheine?
- ▶ Diese geben an, dass ein Gerät kalibriert wurde.
 - Die Kalibrierung erfolgt in der Regel an rückführbaren Normalen, also an Proben mit bekanntem Ergebnis
 - Eine (externe) Kalibrierung erfolgt durch Personen, die damit beauftragt wurden
 - Die Kalibrierung erfolgt in regelmäßigen Abständen, in der Regel intern häufiger als extern
 - Die Kalibrierung überprüft *das Gerät* – nicht mehr und nicht weniger



Quelle: Phuchit/iStockphoto 672262992

© Kunststoff-Institut Lüdenscheld | testXpo 2017, Ulm | 16

Deutsches Institut für Ringversuche



- ▶ Womit kalibrieren Sie Ihr System?
 - *Referenzmaterialien* können zu jedem Zeitpunkt zur Überprüfung eines Verfahrens verwendet werden, wenn...
 - sie in ausreichender Menge verfügbar
 - sie über längere Zeiträume stabil und
 - ihre Teilmengen homogen sind, d.h. gleiche Ergebnisse liefern
- ▶ Für nicht zerstörende Prüfungen ist eine Kalibrierung theoretisch beliebig oft wiederholbar.
- ▶ Standards liefern ein bekanntes Ergebnis (z.B. Schmelzpunkt)



Quelle: Kunststoff-Institut Lüdenscheld

Deutsches Institut für Ringversuche



- ▶ Standards
 - Ein Standard liefert in der Regel nur einen „Stützpunkt“ entlang des gesamten möglichen Messbereichs
 - Gefahr eines „Bias“ des Durchführenden, wenn das Resultat bekannt ist
 - Verlust, Zerstörung, Veränderung oder Verunreinigung eines Standards kann zu massiven Problemen führen
 - Viele Kalibrierungen laufen in einem speziellen Modus des Systems ab; der Realfall wird damit nicht abgebildet

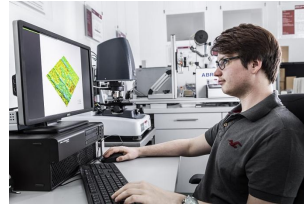


Quelle: Kunststoff-Institut Lüdenscheld

Deutsches Institut für Ringversuche



- ▶ Was ist anders bei Ringversuchen?
 - Ringversuche laufen unter regulären Laborbedingungen ab
 - Für die Durchführung der Messaufgabe werden (industriell relevante) Proben ausgegeben, die hinsichtlich ihrer Eignung überprüft und überwacht werden
 - Für zerstörende Prüfungen wird dafür gesorgt, dass die Proben hinreichend homogen sind, also zu gleichen Ergebnissen führen
- ▶ Über den Zeitraum der Versuche ist das Material stabil und ändert nicht die Eigenschaften
- ▶ Der Ergebnisbereich ist variabel und dem Operator in der Regel nicht bekannt



Quelle: Kunststoff-Institut Lüdenscheid

Deutsches Institut für Ringversuche



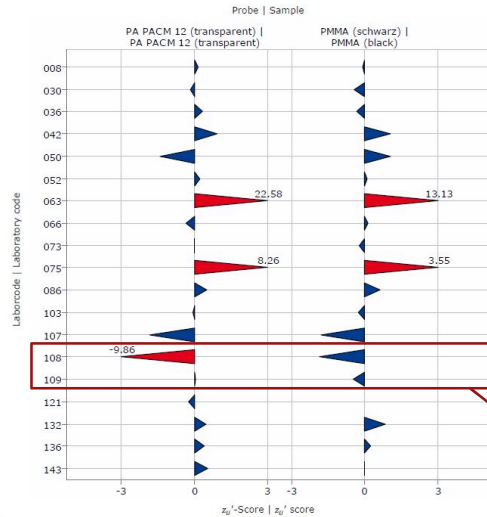
Grund Nr. 4:

Ringversuche bieten Einblick in die Leistungsfähigkeit von Verfahren und Geräten

Beispiel: DSC-Analyse (ISO 11357-2)



- ▶ Bestimmung von T_G (Wendepunkt der Kurve)



- ▶ Länge der Pfeile: Abweichung vom zugewiesenen Wert (in Einheiten der Standardabweichung - z_u' -Scores)

- Blau: akzeptabel ($|z_u'| \leq 2$)
- Gelb: fragwürdig ($2 < |z_u'| < 3$)
- Rot: unbefriedigend ($|z_u'| \geq 3$)

- ▶ Richtung der Pfeile: Richtung der Abweichung
Ein Labor / 2 Geräte

Beispiel: DSC-Analyse (ISO 11357-2)



- ▶ Übersicht der Labormittelwerte


Labor	PA PACM	PMMA
108	124,05 °C	112,39 °C
109	136,31 °C	114,08 °C

- ▶ Teilnehmer 108 und 109 entstammen einem Labor
- ▶ Es handelt sich um zwei unterschiedliche Geräte und denselben Bediener
- ▶ Bei der Ergebnisabgabe weiß man, dass mindestens ein Resultat falsch sein muss - man weiß nicht zwingend, welches *
- ▶ Nach der Auswertung steht fest, dass 108 systematisch zu niedrige Werte liefert
- ▶ Analog zu dieser Konstellation können auch verschiedene Bediener/innen geprüft werden
- ▶ Bei Bezug weiteren Referenzmaterials können auch spätere Investitionsentscheidungen vereinfacht werden

*: Im vorliegenden Fall kann das *ungefähre* korrekte Ergebnis in Erfahrung gebracht werden

Dieses Dokument ist urheberrechtlich geschützt. Die Vervielfältigung – auch auszugsweise – bedarf der ausdrücklichen Genehmigung des Kunststoff-Instituts Lüdenschied (K.I.M.W.).

Deutsches Institut für Ringversuche




Grund Nr. 5:

**Ringversuche sind eine ideale Gelegenheit,
das Personal zu schulen**

© Kunststoff-Institut Lüdenschied
| testXpo 2017, Ulm
|
| 23

Was kann schiefgehen?



- ▶ **Grobe Fehler**
 - lassen sich stets vermeiden;
 - Entstehen z.B. durch Verwendung von beschädigten Messgeräten oder durch fehlerhaftes Ablesen
- ▶ **Systematische Fehler**
 - Entstehen nicht zufällig, sondern mit „System“
 - Messwerte werden in der gleichen Weise verfälscht
 - Bei einem falsch kalibriertem Messgerät fallen *alle* Werte entweder zu groß oder zu klein aus
 - Systematische Fehler sind vermeidbar
- ▶ **Zufällige Fehler**
 - Im Gegensatz zu den groben und systematischen Fehlern lassen sich diese niemals völlig ausschalten
 - Sie entstehen durch eine Vielzahl verschiedenster, unkontrollierbarer Einwirkungen und sind stets regellos verteilt

© Kunststoff-Institut Lüdenschied
| testXpo 2017, Ulm
|
| 24

Was mache ich falsch?



- ▶ Um zu erkennen, ob ein Fehler zufällig oder systematisch auftritt, sind mindestens zwei Messungen vorzunehmen
 - Alle unsere Ringversuche beinhalten die Untersuchung von (mindestens) zwei Niveaus
 - Die Auswertung im Abschlussbericht gibt Aufschluss über einen möglichen Trend
- ▶ **Beispiel:** RV-Serie 2017, Schmelzindexbestimmung gem. ISO 1133
 - 3 Niveaus / Proben:
 - Polycarbonat
 - PE-LD
 - PP-GF
 - Teilnahme von 25 Laboren
 - Nicht jedes Labor hat alle drei Proben untersucht
 - MVR-Daten liefert das Gerät, für MFR erfolgt eine zusätzliche Wägung der Strangabschnitte



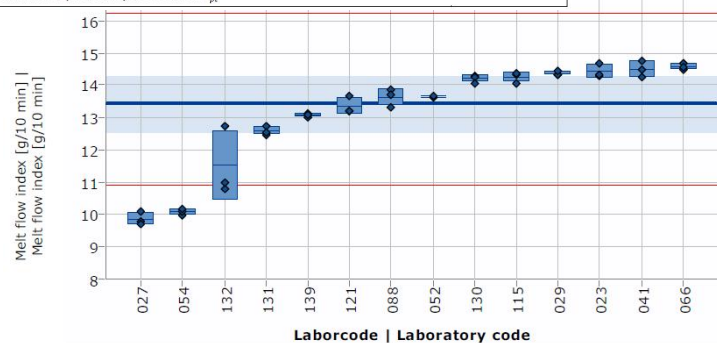
Quelle: Kunststoff-Institut Lüdenscheld

Beispiel: MVR/MFR (ISO 1133)



PC (weiß) | PC (white)

Anzahl Datensätze p Number of data sets p	14
Zugewiesener Wert x_{pt} Assigned value x_{pt}	13.43 g/10 min
Erweiterte Unsicherheit des zugewiesenen Wertes $U(x_{pt})$ Extended uncertainty of assigned value $U(x_{pt})$	0.84 g/10 min
Standardabweichung für die Eignungsbewertung σ_{pt}^* Standard deviation for proficiency assessment σ_{pt}^*	1.26 g/10 min



■ Labormittelwert ± Laborstandardabweichung | Lab mean ± lab standard deviation
◆ Mittelwerte der einzelnen Prüferien | Test series-specific mean values
— Zugewiesener Wert x_{pt} ± erweiterte Unsicherheit $U(x_{pt})$ | Assigned value x_{pt} ± extended uncertainty $U(x_{pt})$
— z_{pt}^* -Score = ±2 | z_{pt}^* score = ±2

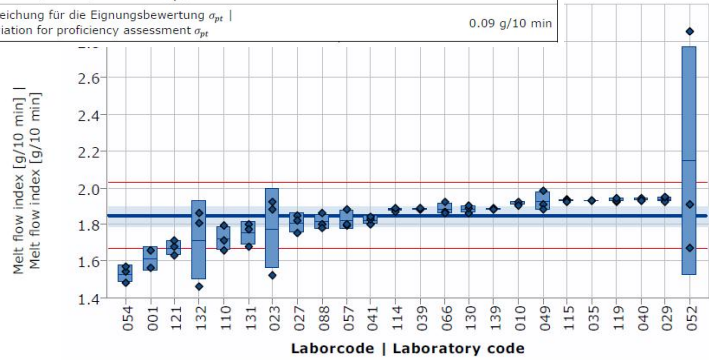
Dieses Dokument ist urheberrechtlich geschützt. Die Vervielfältigung – auch auszugsweise – bedarf der ausdrücklichen Genehmigung des Kunststoff-Instituts Lüdenscheld (K.I.M.W.).

Beispiel: MVR/MFR (ISO 1133)



PE-LD (natur) | PE-LD (natural)

Anzahl Datensätze p Number of data sets p	24
Zugewiesener Wert x_{pe} Assigned value x_{pe}	1.84 g/10 min
Erweiterte Unsicherheit des zugewiesenen Wertes $U(x_{pe})$ Extended uncertainty of assigned value $U(x_{pe})$	0.05 g/10 min
Standardabweichung für die Eignungsbewertung σ_{pe} Standard deviation for proficiency assessment σ_{pe}	0.09 g/10 min



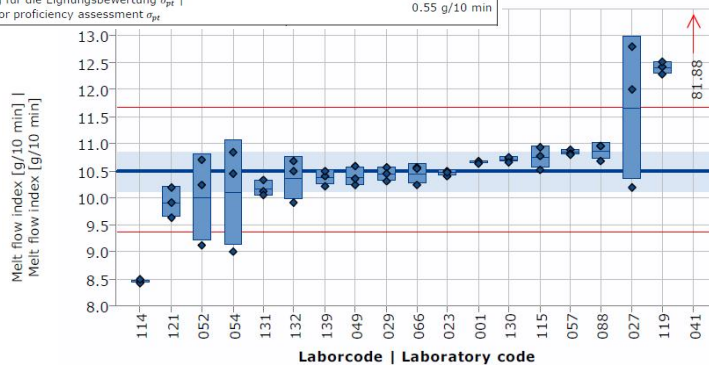
■ Labormittelwert \pm Laborstandardabweichung | Lab mean \pm lab standard deviation
◆ Mittelwerte der einzelnen Prüferien | Test series-specific mean values
— Zugewiesener Wert $x_{pe} \pm$ erweiterte Unsicherheit $U(x_{pe})$ | Assigned value $x_{pe} \pm$ extended uncertainty $U(x_{pe})$
— z_U -Score = ± 2 | z_U' score = ± 2

Beispiel: MVR/MFR (ISO 1133)



PP-GF (natur) | PP-GF (natural)

Anzahl Datensätze p Number of data sets p	19
Zugewiesener Wert x_{pe} Assigned value x_{pe}	10.49 g/10 min
Erweiterte Unsicherheit des zugewiesenen Wertes $U(x_{pe})$ Extended uncertainty of assigned value $U(x_{pe})$	0.35 g/10 min
Standardabweichung für die Eignungsbewertung σ_{pe} Standard deviation for proficiency assessment σ_{pe}	0.55 g/10 min

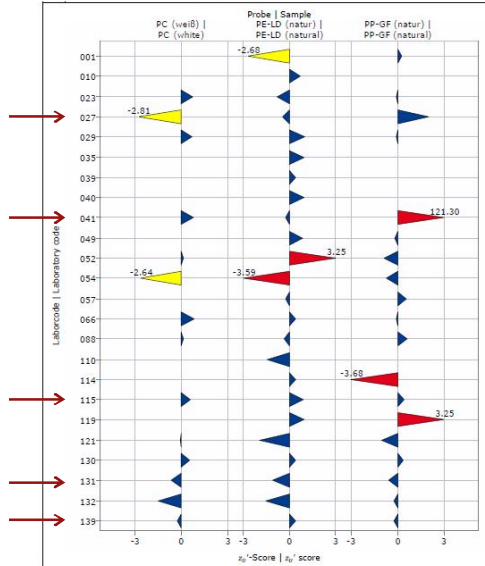


■ Labormittelwert \pm Laborstandardabweichung | Lab mean \pm lab standard deviation
◆ Mittelwerte der einzelnen Prüferien | Test series-specific mean values
— Zugewiesener Wert $x_{pe} \pm$ erweiterte Unsicherheit $U(x_{pe})$ | Assigned value $x_{pe} \pm$ extended uncertainty $U(x_{pe})$
— z_U -Score = ± 2 | z_U' score = ± 2

Beispiel: MVR/MFR (ISO 1133)



z_u'-Score-Übersicht | Overview of z_u' scores



► Die Labore

- 027
- 041
- 115
- 131 und
- 139

zeigen unterschiedliche Resultate in der MFR-Bestimmung

Beispiel: MFR/MVR (ISO 1133)



► Übersicht der z_u'-Scores für die MFR-Messung

Labor	PC	PE-LD	PP-GF	Dev.
027	-2,81	-0,43	1,99	n. syst.
041	0,76	-0,24	121,30	n. syst.
115	0,59	0,89	0,42	syst.
131	-0,66	-1,08	-0,58	syst.
139	-0,29	0,42	-0,22	n. syst.

► Fazit?

- Labor 027 beherrscht das Verfahren grundsätzlich nicht gut
- Labor 041 hat einen offensichtlichen Ausreißer abgegeben. Empfehlung: Resultate auf Plausibilität kontrollieren
- Labor 115: Tendenziell zu hohe Ergebnisse. Prozess sollte auf mögliche Einflüsse geprüft werden (Temperatur, Waage, Düse...)
- Labor 131: Tendenziell zu niedrige Ergebnisse. Prozess sollte auf mögliche Einflüsse geprüft werden (Temperatur, Waage, Düse...)

Beispiel: MFR/MVR (ISO 1133)



► Übersicht der z_u^1 -Scores für die MVR-Messung

Labor	PC	PE-LD	PP-GF	Dev.
027	0,55	2,27	0,83	sys.
041	1,89	0,25	143,27	(sys.)
115	0,13	0,70	0,40	sys.
131	-1,50	-1,29	-0,54	sys.
139	-0,20	0,46	-0,47	n. syst.

Rot: Vorzeichenwechsel gegenüber MFR

► Fazit?

- Labor 027 beherrscht das Verfahren grundsätzlich nicht gut; sowohl der Mess- als auch der Wägevorgang sind betroffen. Gerät liefert systematische Abweichung, Wägevorgang deutlich unsystematisch
- Labor 041: Gerät scheint systematisch nach oben abzuweichen (Ausreißer unberücksichtigt) – Wägeprozess senkt Ergebnis systematisch ab
- Labor 115: Wägevorgang hat nur sehr geringen, tendenziell verstärkenden Einfluss auf systematische Abweichung
- Labor 131: Wägevorgang hat deutlichen Einfluss auf systematische Abweichung, dieser Teil des Fehlers erscheint aber weniger systematisch

Deutsches Institut für Ringversuche



- Ringversuche sind ein vielseitiges, effektives Mittel der Qualitätssicherung
- Das DIR bietet mehr als 200 Versuche im Kunststoffsektor an
- Falls ein Versuch fehlt – bitte sprechen Sie uns an!
- Kontakt:

www.ringversuche.info
www.dir-kimw.de

Dieses Dokument ist urheberrechtlich geschützt. Die Vervielfältigung – auch auszugsweise – bedarf der ausdrücklichen Genehmigung des Kunststoff-Instituts Lüdenschied (K.I.M.W.).

Vielen Dank!



Image courtesy of Idea go at FreeDigitalPhotos.net



**Deutsches Institut
für Ringversuche**

Dr. Andreas Balster
+49.2351.1064-801
balster@dir-kimw.de

© Kunststoff-Institut Lüdenschied | testXpo 2017, Ulm | 33