



**KUNSTSTOFF  
INSTITUT  
LÜDENSCHIED**

# ENGINEERING


Network

- Research & Development
- Training & Counselling
- Testing & Analysing
- Joint projects



**Mysterious ways -  
Wege zur Messunsicherheit**

Dr. Andreas Balster, Deutsches Institut für Ringversuche

## Daten und Fakten



- ▶ Das Kunststoff-Institut Lüdenschied 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 350 aktiven Mitgliedern aus Europa stellt den Mehrheitsgesellschafter dar

© Kunststoff-Institut Lüdenschied | testXpo 2019 | 2

## Gesellschaften/ Beteiligungen



Trägersgesellschaft e.V.  
354 Unternehmen, 76%

- ▶ Maschinenhersteller
- ▶ Rohstoffhersteller
- ▶ Werkzeug- und Formenbauer
- ▶ Peripheriegeräte, Automatisierung
- ▶ Alle Branchen: Automobilindustrie, Elektroindustrie, Leuchtenindustrie, Medizintechnik, .....
- ▶ Universitäten, Fachhochschulen, Institute, Cluster, ...

sind in der Trägersgesellschaft vertreten

© Kunststoff-Institut Lüdenscheid | testXpo 2019

| 3

## Ringversuche im Kunststoff-Institut




- ▶ 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“
- ▶ 2018: Akkreditierung gemäß DIN EN ISO/IEC 17043



© Kunststoff-Institut Lüdenscheid | testXpo 2019

| 4



## WAS SIND RINGVERSUCHE?

testXpo 2019 5



## Deutsches Institut für Ringversuche

---

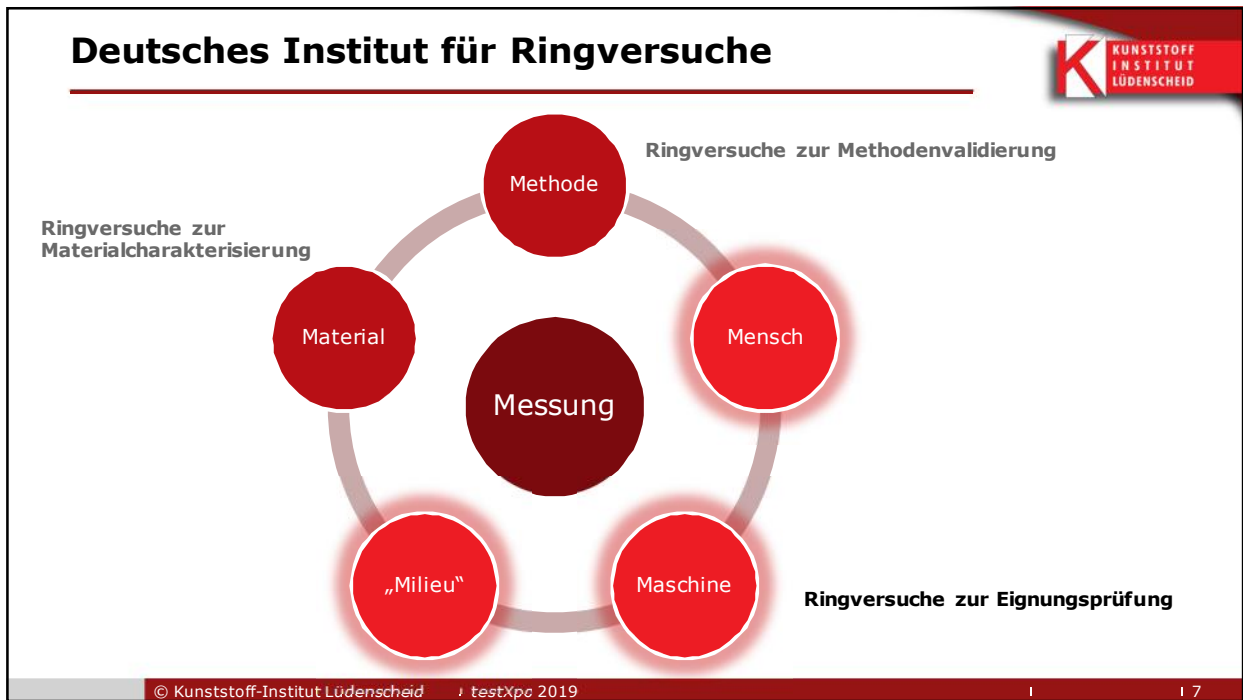
### Was sind Ringversuche?

- ▶ 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 (oder dieselbe) Probe
  - dieselben Informationen
  - denselben Zeitraum zur Durchführung



Quelle: Kunststoff-Institut Lüdenschied

© Kunststoff-Institut Lüdenschied | testXpo 2019 6



## Deutsches Institut für Ringversuche



Ein Ringversuch wird von einer zentralen Stelle aus organisiert und verwaltet. Diese kümmert sich...

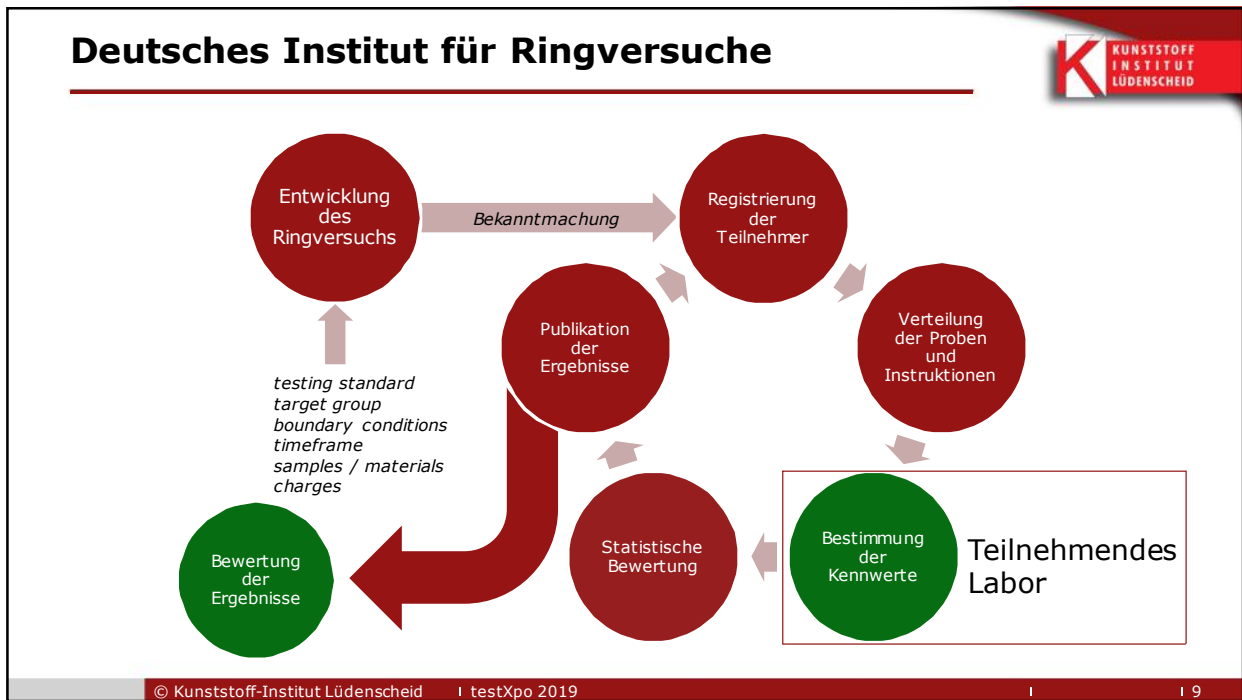
- um die Auswahl und fachlich korrekte Beschreibung und Organisation des jeweiligen Verfahrens
- um die Auswahl, Vorbereitung und den Versand geeigneten Probenmaterials
- um die Anmeldung und die Betreuung der teilnehmenden Labore, insbesondere im Sinne der Wahrung
  - der Neutralität und Objektivität
  - der Anonymität der Teilnehmer
- um eine möglichst fehlerfreie Datenübertragung

- um eine korrekte statistische Bewertung der Resultate
- um eine aussagekräftige Datenaufbereitung und -interpretation



*Quelle: Kunststoff-Institut Lüdenschied*

© Kunststoff-Institut Lüdenschied | testXpo 2019 | 8




## Deutsches Institut für Ringversuche

- ▶ Für DIN ISO/IEC 17025 akkreditierte Laboratorien ist die regelmäßige Teilnahme an Ringversuchen obligatorisch
- ▶ Ergebnisse aus Ringversuchen können (z.B. gegenüber Kunden) als Kompetenznachweis verwendet werden
- ▶ Es gibt keine bessere Möglichkeit, die eigene Laborleistung objektiv zu überprüfen
- ▶ Ringversuche bieten Einblick in die Leistungsfähigkeit von Verfahren und Geräten
- ▶ Ringversuche sind eine ideale Gelegenheit, das Personal zu schulen


*Quelle: Kunststoff-Institut Lüdenschied*

© Kunststoff-Institut Lüdenschied | testXpo 2019 | 10



# LEISTUNGSBEWERTUNG

testXpo 2019
11



## Leistungsbewertung in Eignungsprüfungen

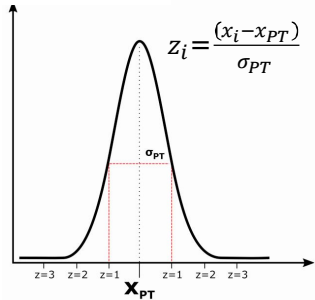
Die „übliche“ Leistungsbewertung erfolgt durch...

- ▶ Die Aufnahme *aller* Messergebnisse der Teilnehmer
- ▶ Überprüfung dieser Daten auf Plausibilität
  - Lage der Messergebnisse
  - Verteilung und Streuung der Resultate
- ▶ Bilden eines (*robusten*) Mittelwerts  $x_{PT}$  („Hampel-Schätzer“) -> Konsenswert
- ▶ Berechnung der (*robusten*) Vergleichsstandardabweichung  $\sigma_{PT}$  („Q-Methode“)
- ▶ Vergabe eines Scores, der den Abstand des eigenen Laborergebnisses  $x_i$  vom Konsenswert *in Einheiten der Standardabweichung* heranzieht: z.B. z-Score

INTERNATIONAL STANDARD      ISO 13528

Second edition  
2015-08-01  
Corrigendum  
2016-10-12

Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison  
Méthodes statistiques utilisées dans les essais d'aptitude par comparaison interlaboratoires

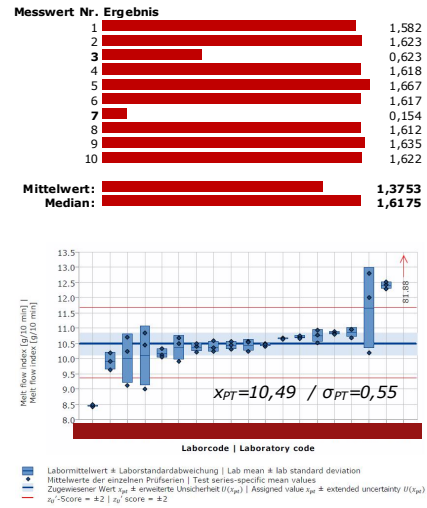


© Kunststoff-Institut Lüdenschied | testXpo 2019
12

## Leistungsbewertung in Eignungsprüfungen



- ▶ Was bedeutet die Bezeichnung „robust“?
  - ▶ Mittelwert und Standardabweichung werden durch Ausreißer *nicht* (oder *nur wenig*) beeinflusst
- ▶ Was sind *Ausreißer*?
  - ▶ Ergebnisse, die nach objektiven Maßstäben so weit vom Konsenswert entfernt sind, dass sie mit sehr hoher Wahrscheinlichkeit durch Mess- oder Dokumentationsfehler entstanden sind
  - ▶ Tippfehler, Zahlendreher, dejustiertes Equipment, Einheiten-, Faktoren- oder Fehler in der Größenordnung...etc.

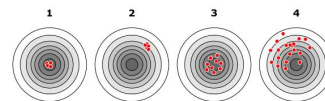


Quelle: Kunststoff-Institut Lüdenschied / QuoData

## Messunsicherheit und Ringversuche




- ▶ Messunsicherheit
  - ▶ In der Regel kennen wir den wahren Wert einer quantifizierbaren Eigenschaft nicht
  - ▶ Wir können nur versuchen, ihn so gut (=präzise) wie möglich zu erfassen
  - ▶ Ob er darüber hinaus noch *richtig* ist, müssen wir mit externem Vergleich kontrollieren (Kalibrierung)
  - ▶ Die Unsicherheit der Messung speist sich aus verschiedenen Quellen
  - ▶ Wir haben nicht jede dieser Quellen unter Kontrolle




Quelle: Kunststoff-Institut Lüdenschied






## FALLSTUDIE: SCHMELZINDEXBESTIMMUNG

testXpo 2019
15



### Verfahrensbeschreibung

- ▶ Schmelzindex- bzw. Volumen-Fließindexbestimmung gemäß DIN EN ISO 1133
  - ▶ MFR: Operator wiegt Strangabschnitte
  - ▶ MVR: Volumenbestimmung der Stränge durch Wegaufnehmer



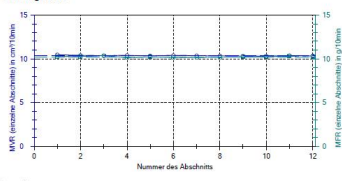
Quelle: Kunststoff-Institut Lüdenschied

**Prüfprotokoll**

Datum: 07.03.2019  
 Material: PA 6 SAN 2  
 Art und Bezeichnung: ...  
 Vorbehandlung: 20 bei 50°C im Vakuum  
 Prüfform: ISO 1133  
 Prüfgerät: Mflow Fließprüfgerät (WP-12)/ Waage ABS 80-4 (Wa-8)  
 Prüfer: ...  
 Schmelztemp.: 200,0 °C  
 Profilart: 5/0/10  
 Probenmenge: ca. 5 g  
 Messzeit: 5 s

MFR	MFR	s MFR	v MFR	MVR	BER	s MVR	v MVR	$\rho$	$m_0$
g/10min	g/10min	g/10min	cm <sup>3</sup> /10min	cm <sup>3</sup> /10min	cm <sup>3</sup> /10min	cm <sup>3</sup> /10min	cm <sup>3</sup> /10min	g/cm <sup>3</sup>	g
10,20	10,23	0,06	0,60	10,46	10,37	0,04	0,42	0,981	0,0855
10,25				10,40				0,980	0,0855
10,38				10,37				1,001	0,0865
10,15				10,40				0,971	0,0848
10,21				10,35				0,986	0,0851
10,16				10,35				0,980	0,0848
10,18				10,37				0,981	0,0848
10,10				10,34				0,985	0,0849
10,21				10,32				0,980	0,0851
10,24				10,28				0,985	0,0853
10,25				10,35				0,983	0,0857
10,25				10,35				0,980	0,0854

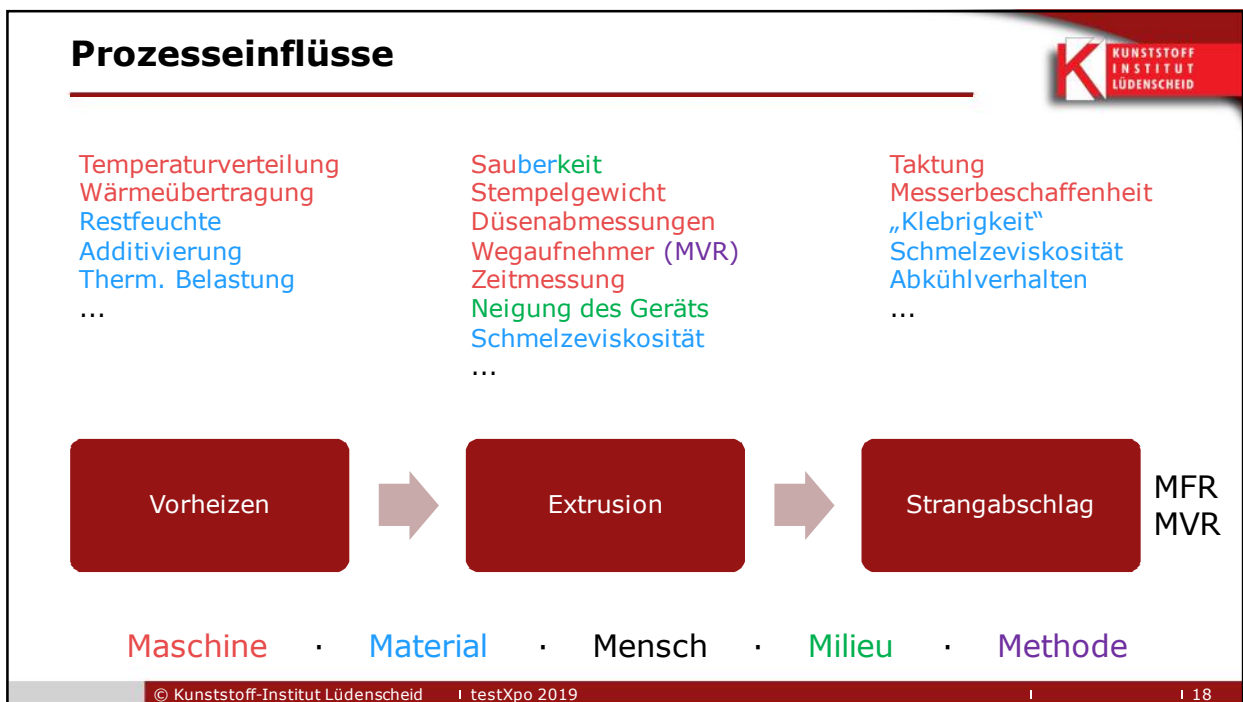
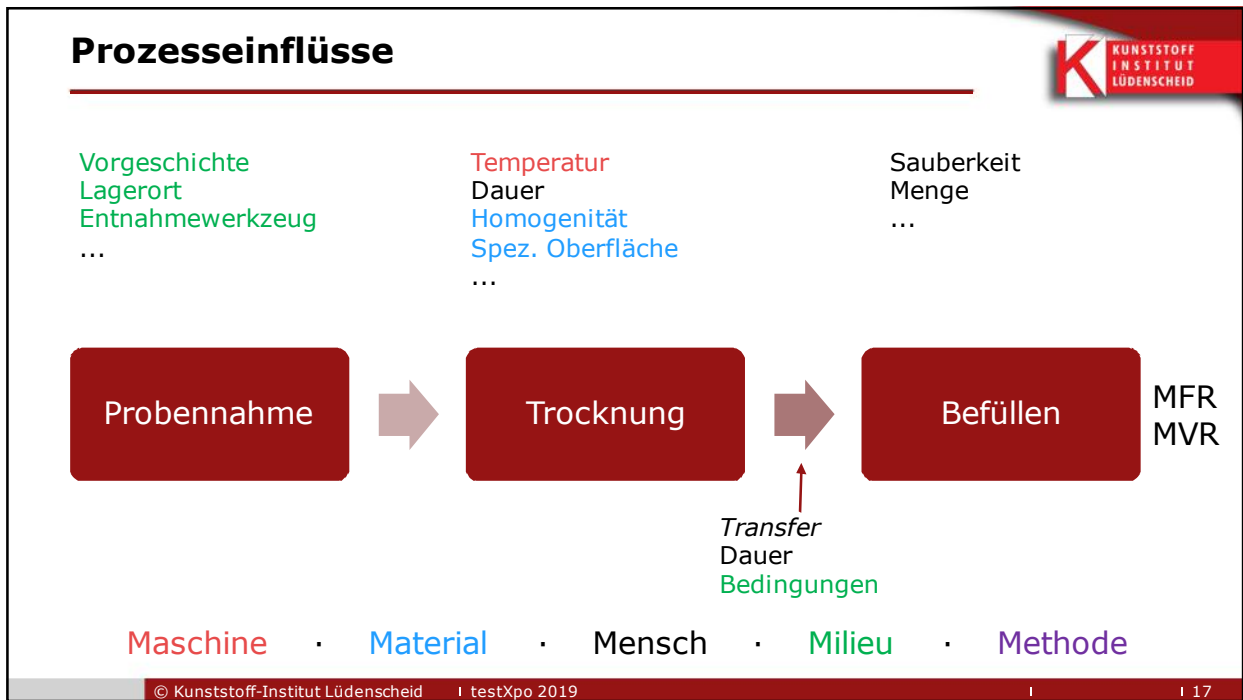
**Seriengrafik:**



Legende:  
 MFR/MVR = einzelne Abschnitte / MFR/MVR = Mittelwert / s MFR/MVR = Standardabweichung /  
 v MFR/MVR = Variationskoeffizient /  $\rho$  = Schmelzdichte der einzelnen Abschnitte /  $m_0$  = Gewicht der einzelnen Abschnitte




© Die in dieser Seite enthaltenen Texte und Bilder sind urheberrechtlich geschützt und dürfen ohne Genehmigung nicht verwendet werden.




© Die in dieser Seite enthaltenen Texte und Bilder sind urheberrechtlich geschützt und dürfen ohne Genehmigung nicht verwendet werden.

## Prozesseinflüsse



Dauer Sauberkeit Hygroskopie Umgebung ...	Sauberkeit Neigung des Geräts Präzision/Richtigkeit Menge ...	Rechenfehler Tippfehler ...
---	---	-----------------------------------




MFR  
 MVR

Maschine · Material · Mensch · Milieu · Methode

© Kunststoff-Institut Lüdenschied | testXpo 2019 | 19

## Beiträge zur Messunsicherheit



Vorgeschichte Lagerort Entnahmewerkzeug ...	Temperatur Dauer Homogenität Spez. Oberfläche ...	Sauberkeit Menge ...
Temperaturverteilung Wärmeübertragung Restfeuchte Additivierung Therm. Belastung ...	Sauberkeit Stempelgewicht Düsenabmessungen Wegaufnehmer (MVR) Zeitmessung Neigung des Geräts Schmelzeviskosität ...	Taktung Messerbeschaffenheit „Klebrigkeit“ Schmelzeviskosität Abkühlverhalten ...
Dauer Sauberkeit Hygroskopie Umgebung ...	Sauberkeit Neigung des Geräts Präzision/Richtigkeit Menge ...	Rechenfehler Tippfehler ...

© Kunststoff-Institut Lüdenschied | testXpo 2019 | 20

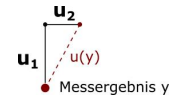
## Beiträge zur Messunsicherheit



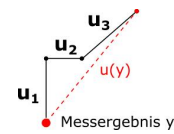
- ▶ Jeder der genannten Faktoren  $u_i$  ( $i > 30$ ) trägt zur gesamten Messunsicherheit bei
- ▶ Welche davon können wir kontrollieren? („Typ 1“)
- ▶ Welche nicht? („Typ 2“)?



- ▶ Wir können Faktoren gruppieren, Schätzungen vornehmen und evtl. manche Faktoren begründet vernachlässigen



$$u(y) = \sqrt{u_1^2 + u_2^2}$$



$$u(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^n u_i^2(y)}$$

Kombinierte Standardunsicherheit

<https://www.eurachem.org/index.php/publications/guides/quam>

## Beiträge zur Messunsicherheit



### ▶ Beiträge vom Typ 1

- ▶ Laborspezifisch
- ▶ Nicht konstant, d.h. bei jeder Messung potentiell variierend
- ▶ Beiträge lassen sich durch Messungen unter Wiederholbedingungen eruiieren ->  $s_w$

### ▶ Beiträge vom Typ 2

- ▶ Ursache extern (z.B. Unsicherheit von Referenzmaterialien)
- ▶ Konstant, d.h. von Messung zu Messung identisch
- ▶ Müssen einzeln identifiziert und *rechnerisch* einbezogen werden („Bottom-Up-Ansatz“)

$$s_w = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}$$

↑ Wiederholungen  
↑ Wiederholstandardabweichung  
↑ Einzelwert  
↑ Arithmetischer Mittelwert aus n Messungen

© Die in dieser Seite enthaltenen Texte und Bilder sind urheberrechtlich geschützt und dürfen ohne Genehmigung nicht verwendet werden.

## Ringversuche und Messunsicherheit



- ▶ Ringversuche lösen das Problem der Typ-2-Beiträge
  - ▶ Jedes Labor hat „seinen“ Satz von Typ-2-Beiträgen
  - ▶ Wertet man die Ergebnisse vieler Laboratorien aus (Vergleichsbedingungen\*, aber nicht bekannten Typ B-Beiträgen) eine zugängliche Größe

Wiederholstandardabweichung („Typ A“)

Kombinierte Standardunsicherheit von y

$$u(y) = \sqrt{\frac{s_w}{n_r} + \sum u_{B,i}^2(y)}$$

Wiederholungen der Messung

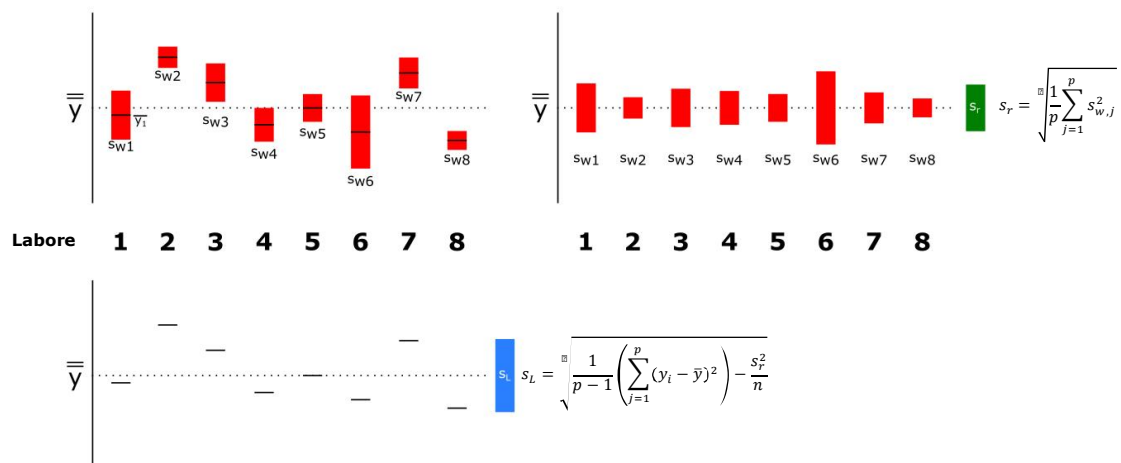
Beiträge vom Typ B

\*Wiederholbedingungen: Identische Person, Labor, Methode, Geräte, kurzer Zeitraum  
 Vergleichsbedingungen: „Identische“ Probe, identische Methode – Labor, Person, Geräte, Zeitpunkte verschieden

## Beiträge zur Messunsicherheit



Top Down Ansatz gemäß ISO 21748:2010:  
 "Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation"



## Beiträge zur Messunsicherheit



Fehlerkomponenten	Empfehlung ISO 21748	Zuordnung
Systematische Unterschiede zwischen den Laboren	„Laborstandardabweichung“ gemäß ISO 5725-2 ( $s_L$ )	Identisch für alle Labore, die am Ringversuch teilgenommen haben
Laborspezifische Streuung innerhalb des Labors	Laborinterne Standardabweichung ( $s_w$ )	Spezifisch für das Labor, für das die MU ermittelt wird
Summe (quadratisch) = <b>Messunsicherheit</b>	$u(y)$	

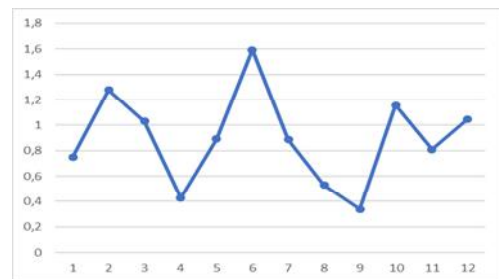
- ▶ Die Laborstandardabweichung ist in diesem Fall für jeden Teilnehmer gleich
- ▶ Die Erfahrung zeigt nun, dass der Beitrag der laborspezifischen Streuung deutlich kleiner ist als  $s_R$
- ▶ Insbesondere „gute“ Labore müssen daher oft mit einer überschätzten Messunsicherheit „leben“.

## Beiträge zur Messunsicherheit



- ▶ Laborinterne Standardabweichungen unterliegen zudem großen Schwankungen von Ringversuch zu Ringversuch: Die Unterschiede zwischen den Laboren werden überschätzt.


Quelle	Materialbezeichnung	Mittelwert ( $\bar{x}$ )	$s_L$	$s_w$	$s_L$ Rel.	$s_w$ Rel.
RV 2008		6,24	0,35	0,36	5,63%	5,77%
RV 2008		9,96	0,04	0,06	2,43%	5,42%
RV 2009		1,85	0,04	0,06	3,95%	3,08%
RV 2009		10,31	0,19	0,32	1,84%	3,10%
RV 2009		20,87	0,08	0,09	2,21%	4,40%
RV 2010		1,87	0,03	0,04	1,45%	1,89%
RV 2010		9,76	0,20	0,37	2,05%	3,79%
RV 2010		20,61	0,26	0,56	1,29%	2,78%
RV 2011		1,89	0,03	0,07	1,70%	3,66%
RV 2011		8,61	0,23	0,47	2,67%	5,46%
RV 2011		18,56	0,19	0,30	1,78%	1,62%
RV 2012		1,89	0,03	0,06	1,59%	3,17%
RV 2012		10,66	0,17	0,50	1,59%	4,69%
RV 2012		18,58	0,23	0,95	1,33%	4,04%
RV 2013		1,87	0,02	0,07	1,07%	3,74%
RV 2013		10,47	0,16	0,22	1,53%	5,92%
RV 2013		20,80	0,21	0,81	1,02%	5,39%
RV 2014		1,86	0,02	0,06	1,08%	3,23%
RV 2014		10,46	0,10	0,18	0,96%	3,53%
RV 2014		24,02	0,84	2,95	3,00%	11,45%
RV 2015		1,87	0,03	0,07	1,60%	3,74%
RV 2015		10,45	0,17	0,87	1,63%	7,37%
RV 2015		8,10	0,27	1,28	3,33%	16,02%
RV 2016		1,87	0,02	0,07	1,07%	3,74%
RV 2016		10,32	0,11	0,31	1,07%	6,10%
RV 2016		13,65	0,26	1,00	1,90%	7,33%
RV 2017		1,84	0,04	0,09	2,17%	4,89%
RV 2017		10,49	0,23	0,55	2,19%	5,24%
RV 2017		13,43	0,19	0,32	1,41%	8,34%
RV 2018		10,60	0,19	0,44	1,79%	4,53%
RV 2018		1,89	0,03	0,08	1,59%	4,23%
RV 2019		12,00	0,22	0,98	1,83%	9,08%
RV 2019		10,36	0,23	0,54	2,24%	3,51%



Quelle: QuoData

Laborinterne Standardabweichung in 12 PT-Runden, basierend auf jeweils drei Messwiederholungen


Material- und feldabhängige Unterschiede in Ringversuchsdaten, 2008-2019



Jedes Labor ist anders


## OPTIMIERUNG DER ERMITTLUNG DER MESSUNSICHERHEIT

testXpo 2019
27




## AI-basierte Messunsicherheitsberechnung


- ▶ Nutzung von AI-Methodik auf Basis der Arbeiten von Bayes zur Ermittlung der
  - ▶ Bayes-angepassten Laborstandardabweichung sowie einer
  - ▶ Bayes'schen laborinternen Standardabweichung



"QUALITY & STATISTICS"



Fehlerkomponenten	Konzept QuoData	Zuordnung
Systematische Unterschiede zwischen den Laboren	<i>Bayes-adjustierte</i> Laborstandardabweichung	<u>Identisch</u> für alle Labore, die am Ringversuch teilgenommen haben
Laborspezifische Streuung innerhalb des Labors	<i>Bayessche</i> laborinterne Standardabweichung	<u>Spezifisch</u> für das Labor, aber unter Berücksichtigung des Ergebnisses früherer Runden und den Informationen zu den Resultaten der anderen Labore
Summe (quadratisch) = <b>Messunsicherheit</b>		



Quelle: Gemeinfrei, Digitalisierung: Bennett Kanuka, Mikhail Ryazanov

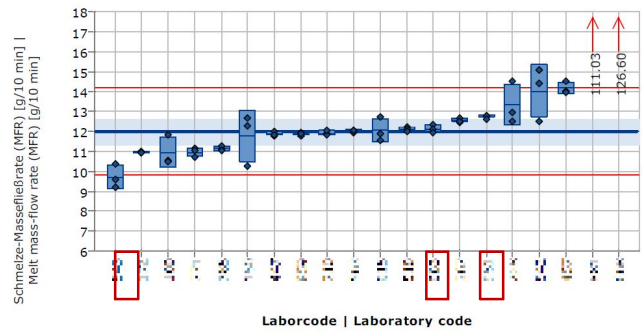
© Kunststoff-Institut Lüdenschied
testXpo 2019
28

© Die in dieser Seite enthaltenen Texte und Bilder sind urheberrechtlich geschützt und dürfen ohne Genehmigung nicht verwendet werden.

## AI-basierte Messunsicherheitsberechnung

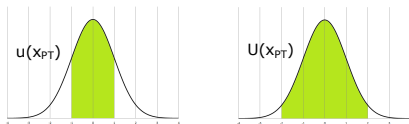


- ▶ Beispiel: EP-Serie 2019
- ▶ MVR/MFR-Bestimmung an zwei Granulatproben
- ▶ MFR an SAN: 20 Datensätze
- ▶  $x_{PT} = 12,00 \text{ g/10min}$
- ▶ Erweiterte Unsicherheit
- ▶  $s_R = 1,09 \text{ g/10min}$
- ▶  $U(x_{PT}) = 2 \cdot u(x_{PT}) = 0,64 \text{ g/10min}$



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

Quelle: Kunststoff-Institut Lüdenscheld / QuoData



## AI-basierte Messunsicherheitsberechnung



- ▶  $s_R$  wird in diesem Beispiel kleiner
- ▶  $s_w$  verändert sich auf Basis der Zusatzinformationen

Labor	Laborspezifische SD ( $s_L$ ) klassische Statistik	Bayes'sche Intra-Labor-SD	Bayes-Adjustierte Labor-SD ( $s_L$ )	$u(x_i)$	$U(x_i)$
1	0,61	0,35	0,93	1,00	1,99
2	0,04	0,11	0,93	0,94	1,88
3	0,78	0,51	0,93	1,06	2,13
4	0,22	0,14	0,93	0,94	1,89
5	0,13	0,12	0,93	0,94	1,88
6	1,31	1,26	0,93	1,57	3,14
7	0,11	0,12	0,93	0,94	1,88
8	0,09	0,11	0,93	0,94	1,88
9	0,12	0,12	0,93	0,94	1,88
10	0,06	0,11	0,93	0,94	1,88
11	0,60	0,35	0,93	1,00	1,99
12	0,11	0,12	0,93	0,94	1,88
13	0,20	0,13	0,93	0,94	1,88
14	0,12	0,12	0,93	0,94	1,88
15	0,09	0,11	0,93	0,94	1,88
16	1,04	0,83	0,93	1,25	2,49
17	1,35	1,31	0,93	1,61	3,22
18	0,30	0,17	0,93	0,95	1,90

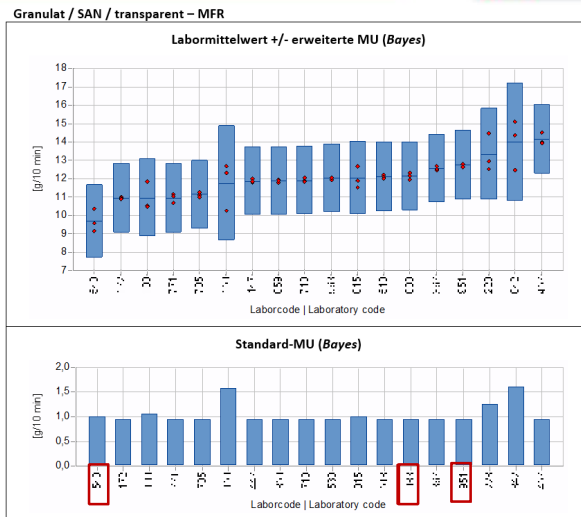
Source: QuoData



## AI-basierte Messunsicherheitsberechnung



- ▶ Eine Bayes'sche laborinterne Standardabweichung kann auch auf Basis *eigener* Versuchsreihen unter Verwendung *anderer* Materialien ermittelt werden und dann mit der Bayes-adjustierten Vergleichsstandardabweichung aus dem Ringversuch kombiniert werden
- ▶ Die Berechnung dieser Messunsicherheit wird mittels Web-Tool möglich sein



Quelle: QuoData

## Vielen Dank!



- ▶ Ringversuche sind ein vielseitiges, effektives Mittel der Qualitätssicherung
- ▶ Wir bieten mehr als 150 Versuche im Kunststoffsektor an
- ▶ Zusammen mit unserem Partner bieten wir einen echten Mehrwert bei der Analyse Ihrer Labordaten!



**Deutsches Institut für Ringversuche**

[www.dir-kimw.de](http://www.dir-kimw.de)  
[www.quodata.de](http://www.quodata.de)



\*QUALITY & STATISTICS!

© Die in dieser Seite enthaltenen Texte und Bilder sind urheberrechtlich geschützt und dürfen ohne Genehmigung nicht verwendet werden.



**K** KUNSTSTOFF  
INSTITUT  
LÜDENSCHIED

# ENGINEERING

Network

- Research & Development
- Training & Counselling
- Testing & Analysing
- Joint projects

Kunststoff-Institut Lüdenschied  
Karolinenstr. 8  
58507 Lüdenschied  
[www.kunststoff-institut.de](http://www.kunststoff-institut.de)

Dr. Andreas Balster  
+49 (0) 23 51.10 64-801  
[balster@kunststoff-institut.de](mailto:balster@kunststoff-institut.de)