

TU

TECHNISCHE UNIVERSITÄT WIEN

DIPLOMARBEIT

Master's Thesis

Messunsicherheit ausgewählter Bitumen- und Asphaltprüfungen

ausgeführt zum Zwecke der Erlangung des akademischen Grades einer Diplom-
Ingenieurin unter der Leitung von

Univ. Prof. DI Dr. techn. Ronald Blab

DI Barbara Gagliano,

Institut für Straßenbau und Straßenerhaltung,

eingereicht an der Technischen Universität Wien,

Fakultät für Bauingenieurwesen,

von

Ellinger Christine

610/9825114

Hörlesbergstrasse 27, 3364 Neuhofen an der Ybbs

Neuhofen, 18.11.2007

Messunsicherheit ausgewählter Bitumen- und Asphaltprüfungen

Diplomarbeit von Ellinger Christine

Kurzfassung

Im Rahmen eines Qualitätsmanagementsystems ist es für jedes Laboratorium unerlässlich, sich mit dem Thema Messunsicherheit auseinander zu setzen. Viele Ergebnisse einer Messung werden mit Werkstoffkennwerten verglichen und aufgrund dessen werden Entscheidungen über die weitere Verwendung getroffen. Dabei ist es wichtig, die Qualität der Resultate zu kennen. Verfahren zur Bestimmung der Messunsicherheit liefern die dazu nötigen Informationen.

Diese Diplomarbeit befasst sich im ersten Teil mit Methoden, die es ermöglichen die Messunsicherheit für Messverfahren zu bestimmen. Die erste Methode beruht auf der Grundlage eines mathematischen Modells für das jeweilige Prüfverfahren. Dabei wird für jede Eingangsgröße ein Unsicherheitsbeitrag ermittelt. Die einzelnen Beiträge werden zu einer Gesamtunsicherheit zusammengefasst. Die anderen beiden Methoden sind empirische Verfahren. Dabei beschreiben die beiden Kennwerte Präzision und Richtigkeit die Genauigkeit eines Prüfverfahrens. Mit ihrer Hilfe wird eine Gesamtunsicherheit eines Messverfahrens ermittelt.

Im zweiten Teil der Diplomarbeit werden anhand von ausgesuchten Versuchen, die regelmäßig im Christian Doppler Labor für gebrauchtsverhaltensorientierte Optimierung flexibler Straßenbefestigungen (ISTU, TU-Wien) durchgeführt werden, einige Methoden umgesetzt. Für die Prüfverfahren „Nadelpenetration“ und „Dynamisches Scherrheometer“ werden Daten aus einem Ringversuch ausgewertet. Für das Prüfverfahren „4-Punkt-Biegebalken“ wird der Einfluss des Einspannmomentes bei der Kalibrierung auf die Qualität des Messergebnisses untersucht. Die Rohdichte wird für eine Mischgutsorte bestimmt. Dabei wird der Einfluss der Laboranten auf das Messergebnis betrachtet. Für den „Biegebalkenrheometer“ wird für die Bitumensorte B70/100 der Einfluss der einzelnen Chargen aus verschiedenen Jahren hindurch untersucht.

Für die Qualitätssicherung ist es wichtig, eine Methode für die Bestimmung der Messunsicherheit im Laboratorium umzusetzen und diese regelmäßig anzuwenden. Zu diesem Zweck wird eine Verfahrensanweisung für die Bestimmung der Messunsicherheit im ISTU-Labor verfasst.

measurement uncertainty for selected bitumen- and asphalt tests

Master's thesis from Ellinger Christine

Abstract

As a part of a quality management system it is essential for each laboratory to look into the issue of uncertainty of measurement. The many results of a measurement are compared with material parameters and, as a result of this comparison, enable the laboratory to make a decision on the next application. In such cases it is important to know the quality of the results. Procedures for the determination of the uncertainty of measurements are helpful to get the necessary information.

The first part of this master's thesis deals with methods to establish the uncertainty of measurement for the measurement process. The first method is based on a mathematical model of the measurement procedure in which every input quantity is calculated with an uncertainty contribution. The entirety of this uncertainty contribution equals the overall uncertainty. The other two methods are empirical methods which allow you to calculate an overall uncertainty of the measurement process.

In the second part of this master's thesis the above methods are put into practice in a number of experiments. These experiments have been carried out in the Christian Doppler Laboratory for performance-based optimization of flexible road pavements" (ISTU, Vienna University of Technology). The measurement process "Nadelpenetration" and "Dynamic Shear Rheometer" have been analysed using data from interlaboratory tests. The influence of restraint moment set during the calibration process on the quality of measurement results has been investigated in the measurement process of the "4-point-bending-beam" The gross density was defined for a mixture, and any influences on the measurement results caused by the laboratory technicians have been investigated. The measurement process of the "bending beam rheometer" has been investigated in terms of the influence of individual batches on the measurement results.

In order to ensure quality assurance it is important for a laboratory to use a method to define the measurement uncertainty for a measurement process. For this purpose a process instruction is composed to define measurement uncertainty at the ISTU-Laboratory.

Vorwort

Statistik wird in den Bereichen Technik, Wissenschaft und Wirtschaft eingesetzt, um Prognosen zu erstellen, etwaige Zusammenhänge der Eingangsdaten zu erkennen und vieles mehr.

Eine Messung unterliegt gewissen Grundgesetzen, trotzdem ist es fast nicht möglich bei einer Wiederholmessung ein und dasselbe Ergebnis zu erzielen. Diese Streuung ist meist auf zufällige Ursachen zurückzuführen. Die gewonnenen Daten einer Messung stellen nur einen kleinen Teil, eine Stichprobe, aus einer Grundgesamtheit dar. Streuungen führen zu einer Ungewissheit und oft besteht nur die Möglichkeit Entscheidungen zu treffen aufgrund von Ergebnissen, die mehr oder weniger wahrscheinlich sind. Statistische Methoden liefern Hilfsmittel, die es erlauben, Entscheidungen im Laboralltag zu treffen.

Durch die steigenden Qualitätsansprüche in der Produktion, in der Herstellung von Straßen ist es auch wichtig, dass die Materialprüfungen einer gewissen Qualitätskontrolle unterliegen. Über ein Messergebnis kann nur dann eine quantitative Aussage getroffen werden, wenn die Genauigkeit des Prüfverfahrens bekannt ist. Zu diesem Zweck wird ein Verfahren benötigt, welches einem Laboratorium erlaubt, für seine Prüfverfahren eine Messunsicherheit zu bestimmen.

Im Christian Doppler Labor für gebrauchtsverhaltensorientierte Optimierung flexibler Straßenbefestigungen (ISTU, TU-Wien) werden Prüfverfahren für Asphalte Bitumen durchgeführt. Die vorliegende Diplomarbeit beschäftigt sich mit der Datenauswertung zur Ermittlung der Messunsicherheit ausgewählter Versuche.

Ich bedanke mich bei Herrn Univ. Prof. DI Dr. techn. Ronald Blab für die Möglichkeit meine Diplomarbeit am Straßenbauinstitut zu verfassen. Weiters möchte ich mich bei Frau DI Barbara Gagliano und Frau DI Elisabeth Hauser für die gute Betreuung bedanken.

INHALTSVERZEICHNIS

ABKÜRZUNGEN	6
1. EINLEITUNG	11
2. BEGRIFFE UND DEFINITIONEN	13
2.1 Begriffe und Definitionen in der Statistik	13
2.2 Begriffe und Definitionen im Prüfwesen	15
3. MESSABWEICHUNGEN	17
3.1 Komponenten der Messabweichung	17
3.2 Einflüsse auf das Messergebnis	18
4. ERMITTLUNG DER MESSUNSIKERHEIT NACH GUM (LEITFADEN ZUR ANGABE DER UNSIKERHEIT BEIM MESSEN)	20
4.1 Mathematisches Modell für das Prüfverfahren	20
4.2 Ermittlung der Standardunsicherheit der einzelnen Eingangsgrößen nach Typ A	21
4.3 Ermittlung der Standardunsicherheit der einzelnen Eingangsgrößen nach Typ B	22
4.4 Empfindlichkeitskoeffizient	27
4.5 Kovarianzen	27
4.6 Ermittlung der kombinierten Standardunsicherheit	29
4.7 Erweiterte Messunsicherheit	30
4.8 Messergebnis	31
5. RINGVERSUCHE ZUR ERMITTLUNG DER MESSUNSIKERHEIT	33
5.1 Planung von Ringversuchen	34
5.2 Statistisches Modell	35
5.2.1 Gesamtmittelwert m	35
5.2.2 Systematische Abweichungskomponente eines Labors B	36
5.2.3 Zufällige Abweichung e	37
5.2.4 Größe H	37
5.3 Versuchsdurchführung	37
5.4 Ringversuche unter Zwischenbedingungen	38
5.4.1 Einfaches Verfahren	38
5.4.2 Alternatives Verfahren	39
5.5 Auswertung von Ringversuchen	40
5.6 Grafische Vereinbarkeitsprüfung	41
5.7 Numerische Methode der Ausreißerprüfung	43
5.7.1 Cochran-Test	43
5.7.2 Grubbs-Test	44
5.8 Ermittlung des Gesamtmittelwertes und der Varianzen	47
5.9 Prüfen auf eine funktionalen Beziehung der Präzisionswerte mit dem arithmetischen Gesamtmittelwert	48
5.9.1 Gerade durch den Nullpunkt	49
5.9.2 Gerade mit positiven Achsenabschnitt	49
5.9.3 Logarithmischer Zusammenhang	50
5.10 Messunsicherheit	51
5.11 Qualitätslenkung von Prüfverfahren	52
5.11.1 Ermittlung von Grenzen	53
5.11.2 Annehmbarkeit von Ermittlungsergebnissen	53
5.11.3 Stabilitätsprüfung	54
5.11.4 Beurteilung von Labors	55
6. BESTIMMUNG DER MESSUNSIKERHEIT MIT VALIDIERUNGSDATEN	56
6.1 Prüfung der Präzision	56
6.2 Überprüfung der Richtigkeit des Messverfahrens	57
6.3 Berechnung der Messunsicherheit	58
7. AUSGEWÄHLTE VERSUCHE	59
7.1 Biegebalkenrheometer (BBR)	59
7.1.1 Probekörperherstellung und Versuchsdurchführung	59
7.2 Nadelpenetration	62

7.2.1	Probekörpervorbereitung	62
7.2.2	Messung und Auswertung	62
7.3	Dynamisches Scherrheometer (DSR)	63
7.3.1	Probekörpervorbereitung	63
7.3.2	Messung und Auswertung	63
7.4	Bestimmung der maximalen Rohdichte	64
7.4.1	Probekörpervorbereitung	64
7.4.2	Messung und Auswertung	64
7.5	Kalibrierung – Vier-Punkt-Biegebalken (4PBB)	66
7.5.1	Einbau des Probekörpers und Versuchsablauf	66
8.	BESTIMMUNG DER MESSUNSICHERHEIT FÜR DIE AUSGEWÄHLTEN BITUMEN- UND ASPHALTPRÜFUNGEN	68
8.1	Biegebalkenrheometer	68
8.2	Nadelpenetration	72
8.2.1	Messunsicherheitsermittlung für Bitumen B50/70	72
8.2.2	Messunsicherheitsermittlung für Bitumen PmB 45	76
8.2.3	Vergleich der beiden Bitumensorten bezüglich Vergleichspräzision	80
8.3	Dynamischer Scherrheometer (DSR)	81
8.3.1	Messunsicherheitsermittlung für die Bitumensorte B50/70	81
8.3.2	Messunsicherheitsermittlung für die Bitumensorte PmB 45	90
8.3.3	Funktionaler Zusammenhang zwischen Gesamtmittelwert und Vergleichspräzision	99
8.4	Rohdichtebestimmung	101
8.5	Kalibrierung am 4-Punkt-Biegebalken (4PBB)	102
8.5.1	Kalibrierung mit dem Kalibrierkörper aus Aluminium	103
8.5.2	Kalibrierung mit dem Kalibrierkörper aus Teflon	108
8.6	Zusammenfassung aller Messunsicherheiten	114
9.	ZUSAMMENFASSUNG	118
9.1	Methoden für die Bestimmung der Messunsicherheit	118
9.2	Messunsicherheit ausgewählter Versuche	119
9.3	Einflüsse auf die Messunsicherheit und Ausblick	120
	LITERATURVERZEICHNIS	122
	ANHANG A: GRENZWERTE FÜR AUSREIBERTESTS	I
	ANHANG B: DATEN	I
	ANHANG C: QUALITÄTSREGELKARTEN FÜR AUSGEWÄHLTE VERSUCHE	I
	ANHANG D: ENTWURF EINER VERFAHRENSANWEISUNG	I

Abkürzungen

Abkürzungen für Kapitel 4 (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995)

a	halbe Weite einer Rechteckverteilung
a_+	obere Schranke der Eingangsgröße x_i
a_-	untere Schranke der Eingangsgröße x_i
c_i	Empfindlichkeitskoeffizient
f	Funktionsbeziehung zwischen der Messgröße Y und den Eingangsgrößen X_i , von denen Y abhängt
k	Erweiterungsfaktor zur Berechnung der erweiterten Unsicherheit U
n	Anzahl der Beobachtungen
N	Anzahl der Eingangsgrößen X_i , von denen die Messgröße Y abhängt
m	Masse eines Stoffes
p	Wahrscheinlichkeit; Grad des Vertrauens $0 \leq p \leq 1$
r	Korrelationskoeffizient
$r(x_i, x_j)$	Geschätzter Korrelationskoeffizient zu den Eingangsschätzwerten x_i und x_j
s	Schätzwert einer Standardabweichung σ
s_p	Zusammengefasste empirische Standardabweichung
$s^2(\bar{x}_i)$	Aus n unabhängigen Beobachtungen von x_i ermittelte empirische Varianz zum Eingangsmittelwert \bar{x}_i
$s^2(\bar{x})$	Empirische Varianz des Mittelwertes \bar{x}
$s(x_i)$	Empirische Standardabweichung des Schätzwertes x_i
$s(\bar{x}_i)$	Empirische Standardabweichung
$s(\bar{x}_i, \bar{x}_j)$	Schätzwert der Kovarianz zu den Eingangsmittelwerten \bar{x}_i und \bar{x}_j
u	Standardunsicherheit
$u(x_i)$	Standardunsicherheit des Eingangsschätzwert x_i
$u_c(y)$	Kombinierte Standardunsicherheit des Ausgangsschätzwertes y
$u_i(y)$	Komponente der kombinierten Standardunsicherheit zum Ausgangsschätzwert y, der durch die Standardunsicherheit zum Eingangsschätzwert x_i zustande kommt
$u(x_i, x_j)$	Geschätzte Kovarianz zu den beiden Eingangsschätzwerten x_i und x_j
U	Erweiterte Unsicherheit des Ausgangsschätzwertes y
V	Volumen eines Körpers

x_i	Schätzwert der Eingangsgröße X_i
x_j	Schätzwert der Eingangsgröße X_j
\bar{x}	Arithmetischer Mittelwert
x_0	Erwartungswert der Messgröße x
X_i	i-te Eingangsgröße
X_j	j-te Eingangsgröße
x_1, x_2, \dots, x_N	Schätzwerte der Eingangsgröße X_1, \dots, X_N
$x_{i,k}$	k-te Beobachtungsgröße der Messwertreihe x_i
y	Schätzwert der Messgröße Y ; Messergebnis; Ausgangsschätzwert
Y	Messgröße
μ_x	Erwartungswert oder Mittelwert der Wahrscheinlichkeitsverteilung einer Zufallsgröße x
μ	wahrer Wert einer Wahrscheinlichkeitsverteilung
v_i	Anzahl der Freiheitsgrade oder effektiven Freiheitsgrade der Standardunsicherheit $u(x_i)$ des Eingangsschätzwertes x_i
σ	Standardabweichung einer Wahrscheinlichkeitsverteilung
$\sigma^2(\bar{x})$	Varianz von \bar{x} gleich σ^2/n geschätzt durch $s^2(\bar{x})$

Abkürzungen und Formelzeichen für Kapitel 5 (DIN ISO 5725-1, 1997):

a	Achsenabschnitt in der Beziehung $s = a + b \cdot m$
b	Steigungsfaktor in der Beziehung $s = a + b \cdot m$
B	Laboranteil der systematischen Abweichungskomponente
B_0	Komponente von B bei allen Faktoren, die sich bei Zwischenbedingungen nicht ändern
$B_{(1)}, B_{(2)}, \text{ usw.}$	Komponenten von B bei allen Faktoren, die sich bei Zwischenbedingungen ändern
c	Achsenabschnitt in der Beziehung $\lg(s) = c + d \cdot \lg(m)$
C	Prüfgröße nach Cochran
CR_p	Kritischer Bereich zur Wahrscheinlichkeit p
$CR_{0,95}(n)$	Kritischer Bereich für n Messungen auf dem Wahrscheinlichkeitsniveau von 95 %
d	Steigungsfaktor in der Beziehung $\lg(s) = c + d \cdot \lg(m)$
e	Zufällige Abweichung
f	Kritischer Spannweitenfaktor
$f(n)$	Kritischer Spannweitenfaktor für n Ermittlungsergebnisse

G	Prüfgröße nach Grubbs
h	Vereinbarkeitsprüfgröße zwischen den Labors nach Mandel
H	Größe, die die Schwankung der Proben aufgrund der Heterogenität berücksichtigt
i	Zuordnungsindex für die einzelnen Labors
j	Zuordnungsindex für ein einzelnes Merkmalsniveau
k	Zuordnungsindex für ein einzelnes Ermittlungsergebnis in einem Labor i auf dem Merkmalsniveau j
k	Vereinbarkeitsprüfgröße innerhalb eines Labors nach Mandel
L zwischen den Labors
m	Gesamtmittelwert des untersuchten Merkmal
M	Anzahl der bei, Zwischenbedingungen betrachteten, Faktoren
n	Anzahl der Ermittlungsergebnisse auf einem Merkmalsniveau für ein Labor
N	Index für die Iterationsschritte
p	Anzahl der Labors, die an einem Ringversuch teilnehmen
q	Anzahl der untersuchten Merkmalsniveaus
r	Wiederholgrenze
R	Vergleichgrenze
s	Schätzwert einer Standardabweichung
s_r	Wiederholstandardabweichung
s_R	Vergleichstandardabweichung
s_L^2	Varianz zwischen den Labors
s_r^2	Wiederholvarianz
s_R^2	Vergleichvarianz
t	Anzahl der Untersuchungsobjekte oder -gruppen
T	Ausdruckssumme
u	Messunsicherheit
W	Gewichtsfaktor zur Errechnung einer gewichteten Regression
x	Größe beim Grubbs-Test
y	Ermittlungsergebnis
\bar{y}	Arithmetischer Mittelwert von Ermittlungsergebnissen
\bar{y}	Gesamtmittelwert von Ermittlungsergebnissen

μ	Wahrer Wert oder anerkannter Referenzwert eines untersuchten Merkmals
ν	Anzahl von Freiheitsgraden
σ	Wahrer Wert einer Standardabweichung
σ_r	Wahrer Wert der Wiederholstandardabweichung
σ_R	Wahrer Wert der Vergleichstandardabweichung
$\chi_p^2(\nu)$	p-Quantil der χ^2 -Verteilung mit ν Freiheitsgraden

Abkürzungen für Kapitel 6 (Eurolab Deutschland, 2006):

n	Anzahl der Prüfungen einer Messwertreihe unter Wiederhol- bzw. Vergleichbedingungen
s_{mess}	Standardabweichung von n Messwerten
s_v	Verfahrensstandardabweichung
$s(y_{\text{mess}})$	Standardabweichung der Messwertreihe unter Vergleichbedingungen
$u(x_{\text{ref}})$	Messunsicherheit des Referenzmaterials
$u(y_{\text{korr}})$	Messunsicherheit des korrigierten Messergebnis der Messwertreihe
$u(y_{\text{unkorr}})$	Messunsicherheit des unkorrigierten Messergebnis der Messwertreihe
$u(\Delta)$	Messunsicherheit der mittleren Abweichung
\bar{x}_{mess}	Mittelwert der Messwertreihe
x_{ref}	Referenzwert
y_{mess}	Messergebnis
y_{korr}	Korrigiertes Messergebnis
y_{unkorr}	Nicht korrigiertes Messergebnis
Δ	Mittlere systematische Abweichung

Abkürzungen für Kapitel 7.1 und 8.1 (ÖNORM EN 14771, 2005):

b	Breite des Probekörpers [mm]
B	Regressionskoeffizient
C	Regressionskoeffizient
h	Dicke des Probekörpers [mm]
L	Abstand zwischen den Auflagern [mm]
P	gemessene Testkraft [mN]
$S_c(t)$	errechnete Biegebiegezugsteifigkeit zur Zeit t [MPa]
$S_m(t)$	gemessene Biegebiegezugsteifigkeit zur Zeit t [MPa]

t	Belastungszeit [s]
$\delta(t)$	Durchbiegung des Probekörpers zur Zeit t [mm]

Abkürzungen für Kapitel 7.4 und 8.4 (ÖNORM EN 12697-5, 2003):

m_1	Masse des Pyknometers mit Aufsatz und Ring [g]
m_2	Masse des Pyknometers mit Aufsatz, Ring und Laborprobe [g]
m_3	Masse des Pyknometers mit Aufsatz, Ring, Laborprobe und Wasser bzw. Lösungsmittel [g]
V_p	Volumen des Pyknometers bei Füllung bis zur Messmarke [kg/m^3]
ρ_{mv}	Die nach dem volumetrischen Verfahren ermittelte Rohdichte des Asphalts, in Kilogramm je Kubikmeter auf $1 \text{ kg}/\text{m}^3$ genau
ρ_w	Dichte des Wassers bzw. Lösungsmittel bei Prüftemperatur [kg/m^3]

Abkürzungen für Kapitel 7.5 und 8.5 (ÖNORM EN 12697-26,2004):

E^*	der komplexe Modul [N/mm^2]
E_1	Reelle Komponente des komplexen Moduls [N/mm^2]
E_2	Imaginäre Komponente des komplexen Moduls [N/mm^2]
D	Verschiebung [mm]
F	Belastungskraft [N]
S	Steifigkeitsmodul [N/mm^2]
γ	Formfaktor [-]
μ	Massefaktor [-]
Φ	Phasenwinkel [$^\circ$]
ω	Kreisfrequenz $2 \cdot \pi \cdot f$ [rad/s]

Abkürzungen für Kapitel 7.3 und 8.3 (ÖNORM EN 14770, 2005):

G^*	der komplexer Schermodul [Pa]
δ	Phasenverschiebungswinkel [$^\circ$]

1. Einleitung

Im allgemeinen Sprachgebrauch hat der Begriff „Unsicherheit“ eine eher negative Bedeutung. Oft wird er mit „Ungewissheit“ oder „Risiko“ gleichgesetzt. Im technisch-wissenschaftlichen Bereich ist der Begriff wie folgt definiert:

„Dem Messergebnis zugeordneter Parameter, der die Streuung der Werte kennzeichnet, die vernünftigerweise der Messgröße zugeordnet werden kann“ (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995)

Durch die Angabe einer Unsicherheit bei einer Messung wird ein Vertrauensbereich geschaffen, in welchem der gemessene Wert des Prüfverfahrens mit einer gewissen Wahrscheinlichkeit liegt. Durch diese Kennzeichnung wird eine Aussage über die Qualität des Messergebnisses getroffen. Diese wird meist mit Grenzwerten aus Normen oder Richtlinien verglichen. Durch die Angabe des Unsicherheitsbereichs ist es nun möglich, das Risiko einzuschätzen, mit dem ein Wert den Anforderungen entspricht oder nicht. Durch die Angabe einer Messunsicherheit wird die Qualität eines Prüfverfahrens gesteigert. Für jedes Prüflaboratorium ist es daher von Bedeutung, eine Methode zu verwenden, mit der es möglich ist, die Messunsicherheit abzuschätzen.

Im ersten Teil der folgenden Arbeit werden die Methoden zur Bestimmung der Messunsicherheit beschrieben.

Im Leitfaden zur Angabe der Messunsicherheit beim Messen werden allgemeine Vorschriften dargestellt, wie die Messunsicherheit bestimmt werden kann (siehe Kapitel 4). Die Messgröße wird dabei durch ein mathematisches Modell beschrieben, welches die einzelnen Einflussgrößen, die eine Auswirkung auf die Schwankung des Ergebnisses haben können, berücksichtigt.

Da aus verschiedenen Gründen eine Beschreibung des Messprozesses mit mathematischen Modellen nicht immer sinnvoll erscheint, ist es auch möglich, die Messunsicherheit anhand von Versuchen zu bestimmen. Über die Methode der Validierung können zahlreiche Quellen, die einen Effekt auf das Messergebnis haben, bestimmt werden (siehe Kapitel 6). Mit Hilfe von Wiederhol- und Vergleichbarkeitsversuchen werden Daten ermittelt, mit deren Hilfe eine Bestimmung der Messunsicherheit möglich wird.

Die Bestimmung von Messunsicherheiten auf Basis von Ringversuchen, mit Beteiligung mehrerer Laboratorien, wird ebenfalls beschrieben (siehe Kapitel 5). Die DIN ISO 5725 „Richtigkeit und Genauigkeit von Messverfahren und Messergebnissen“ (Teil 1-6) befasst sich mit der Ermittlung und Anwendung von Präzisionsmaßen und Richtigkeitsmaßen. Dabei werden Verfahren zur Bestimmung der Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit von Versuchen beschrieben. Die dadurch ermittelten Standardabweichungen können zur Bestimmung der Messunsicherheit herangezogen werden. Weiters wird in dieser Arbeit kurz auf die Möglichkeiten eingegangen, die Daten in der Praxis im Rahmen des Qualitätsmanagementsystems, zu verwenden.

Im zweiten Teil der Diplomarbeit werden anhand ausgewählter Versuche, einige Methoden, die im ersten Teil vorgestellt wurden, zur Ermittlung der Messunsicherheit angewandt (siehe Kapitel 8).

Dafür wurden drei Versuche, die standardmäßig im ISTU-Labor durchgeführt werden, ausgewählt:

- Bending Beam Rheometer (BBR)
- 4 Punktbiegebalken
- Bestimmung der Rohdichte für eine Mischgutsorte

Bei den einzelnen Versuchen wird der mögliche Einfluss von einigen Eingangsgrößen auf die Schwankung des Messergebnisses untersucht. Bei zwei weiteren Versuchen werden Daten, die bei einem Ringversuch aus dem Jahre 2005 ermittelt wurden, ausgewertet, um mit ihrer Hilfe die Messunsicherheit zu bestimmen. Diese zwei Versuche sind:

- DSR (Dynamisches Scherrheometer)
- Nadelpenetration

Durch die Angabe von Messunsicherheiten bei Prüfungen im ISTU-Labor wird es in Zukunft möglich, Ergebnisse von Messungen untereinander sowie auch mit Grenzwerten, die in Normen festgelegt sind, zu vergleichen. Im Anhang befindet sich eine Verfahrensanweisung für die Bestimmung der Messunsicherheit. Mit ihrer Hilfe ist es möglich, denn steigenden Qualitätsanforderungen an Messungen gerecht zu werden.

2. Begriffe und Definitionen

2.1 Begriffe und Definitionen in der Statistik

Anerkannter Bezugswert: Ein als vereinbarte Vergleichsgrundlage geltender Wert, der hergeleitet ist als (DIN ISO 5725-1, 1997)

- a) ein theoretischer oder festgelegter Wert, gegründet auf wissenschaftlichen Prinzipien;
- b) ein festgesetzter oder bestätigter Wert, gegründet auf experimenteller Arbeit einer nationalen oder internationalen Organisation;
- c) ein einvernehmlich festgelegter oder bestätigter Wert, gegründet auf gemeinschaftlicher experimenteller Arbeit unter Schirmherrschaft einer wissenschaftlich oder ingenieurmäßig arbeitenden Gruppe;
- d) sofern Werte gemäß a), b) und c) nicht verfügbar sind: Der Erwartungswert einer Größe, also der Mittelwert einer festgelegten Anzahl von Messungen

Einflussgröße: Größe, die nicht Messgröße ist, jedoch das Messergebnis beeinflusst (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995)

Ermittlungsergebnis: Wert eines Merkmals, gewonnen durch die Anwendung eines vereinheitlichten Messverfahrens (DIN ISO 5725-1, 1997)

Empirische Standardabweichung: Für eine Reihe von Messungen derselben Messgröße die Größe s , welche die Streuung der Ergebnisse charakterisiert (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995)

Genauigkeit: Das Ausmaß der Annäherung zwischen einem Ermittlungsergebnis und dem anerkannten Bezugswert (DIN ISO 5725-1, 1997)

Korrektionsfaktor: Zahlenfaktor, mit dem das unberichtigte Messergebnis zum Ausgleich hinsichtlich der systematischen Abweichung multipliziert wird (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995)

Laboranteil der systematischen Abweichungskomponente: Die Differenz zwischen der systematischen Abweichungskomponente eines Labors und der systematischen Abweichungskomponente des Messverfahrens (DIN ISO 5725-1, 1997)

Merkmalsniveau in einem Ringversuch: Der Gesamtmittelwert der Ermittlungsergebnisse von allen Labors für ein untersuchtes einzelnes Material oder eine einzelne untersuchte Probe (DIN ISO 5725-1, 1997)

Messergebnis: Einer Messgröße zugeordneter, durch die Messung gewonnener Wert (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995)

Messgröße: Spezielle Größe, die Gegenstand der Messung ist (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995)

Messmethode: Allgemeine Beschreibung der logischen Abfolge von Handlungen zur Durchführung von Messungen (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995)

Messprinzip: Die wissenschaftliche Grundlage eines Messverfahrens (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995)

Messung: Gesamtheit der Tätigkeiten zur Ermittlung eines Größenwertes (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995)

Messunsicherheit: Dem Messergebnis zugeordneter Parameter, der die Streuung der Werte kennzeichnet, die vernünftigerweise der Messgröße zugeordnet werden könnte (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995)

Messverfahren: Gesamtheit der genau beschriebenen Tätigkeiten, wie sie bei der Ausführung spezieller Messungen entsprechend einer vorgegebenen Messmethode angewendet werden (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995)

Präzision: Das Ausmaß der gegenseitigen Annäherung zwischen unabhängigen Ermittlungsergebnissen, die unter festgelegten Bedingungen gewonnen sind (DIN ISO 5725-1, 1997)

Richtiger Wert: Durch Vereinbarung anerkannter Wert, der einer betrachteten speziellen Größe zugeordnet wird, und der mit einer dem jeweiligen Zweck angemessenen Unsicherheit behaftet ist (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995)

Richtigkeit: Das Ausmaß der Annäherung zwischen dem Mittelwert aus einer großen Serie von Ermittlungsergebnissen und einem anerkannten Bezugswert (DIN ISO 5725-1, 1997)

Ringversuch: Ein Versuch unter Labors, bei dem die Leistungsfähigkeit jedes Labors bei einem vereinheitlichten Messverfahren am identischen Material untersucht wird (DIN ISO 5725-1, 1997)

Systematische Abweichungskomponente: Die Differenz zwischen dem Erwartungswert der Ermittlungsergebnisse und einem anerkannten Bezugswert (DIN ISO 5725-1, 1997)

Systematische Abweichungskomponente des Messverfahrens: Die Differenz zwischen dem Erwartungswert der Ermittlungsergebnisse aller dieses Messverfahren anwendenden Labors und einem anerkannten Bezugswert (DIN ISO 5725-1, 1997)

Systematische Abweichungskomponente eines Labors: Die Differenz zwischen dem Erwartungswert der Ermittlungsergebnisse eines einzelnen Labors und einem anerkannten Bezugswert (DIN ISO 5725-1, 1997)

Vergleichbedingungen: Bedingungen bei der Gewinnung von voneinander unabhängigen Ermittlungsergebnissen, bestehend in der Anwendung desselben Verfahrens an identischen Untersuchungsobjekten in verschiedene Labors durch verschiedene Bearbeiter mit verschiedenen Geräteausrüstungen (DIN ISO 5725-1, 1997)

Vergleichgrenze: Wert, unter dem oder gleich dem der Betrag der Differenz zwischen zwei unter Vergleichbedingungen gewonnenen Ermittlungsergebnissen mit einer Wahrscheinlichkeit von 95 % erwartet werden kann (DIN ISO 5725-1, 1997)

Vergleichpräzision: Präzision unter Vergleichbedingungen (DIN ISO 5725-1, 1997)

Wahrer Wert: Wert, der mit der Definition einer betrachteten speziellen Größe übereinstimmt (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995)

Wiederholbedingungen: Bedingungen bei der Gewinnung von voneinander unabhängigen Ermittlungsergebnissen, bestehend in der Anwendung desselben Verfahrens am identischen Untersuchungsobjekt im selben Labor durch denselben Bearbeiter mit derselben Geräteausrüstung in kurzen Zeitabständen (DIN ISO 5725-1, 1997)

Wiederholgrenze: Wert, unter dem oder gleich dem der Betrag der Differenz zwischen zwei unter Wiederholbedingungen gewonnenen Ermittlungsergebnissen mit einer Wahrscheinlichkeit von 95 % erwartet werden kann (DIN ISO 5725-1, 1997)

Wiederholpräzision: Präzision unter Wiederholbedingungen (DIN ISO 5725-1, 1997)

Zelle in einem Ringversuch: Durch ein einzelnes Labor gewonnene Ermittlungsergebnisse auf einem einzelnen Merkmalsniveau (DIN ISO 5725-1, 1997)

2.2 Begriffe und Definitionen im Prüfwesen

Biegekriechsteifigkeit $S(t)$: Quotient aus Biegespannung und Biegedehnung (ÖNORM EN 14771, 2005)

BIPM: Internationales Büro für Maß und Gewicht (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995)

IEC: Internationale Elektrotechnische Kommission (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995)

IFCC: Internationale Föderation für klinische Chemie (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995)

ISO: Internationale Organisation für Normung (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995)

ISTU: Institut für Straßenbau und Straßenerhaltung, Technische Universität Wien

IUPAC: Internationale Union für reine und angewandte Chemie (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995)

IUPAP: Internationale Union für reine und angewandte Physik (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995)

Komplexer Modul E^* : Zusammenhang zwischen der Spannung und der Dehnung für einen linear viskoelastischen Baustoff, der einer Belastung mit sinusförmiger Wellenform unterzogen wird, bei der die Beanspruchung durch eine Spannung $\sigma \cdot \sin(\omega \cdot t)$ zu einer Dehnung $\varepsilon \cdot \sin(\omega \cdot t - \Phi)$ führt, die in Bezug auf die Spannung eine Phasenverschiebung Φ aufweist (ÖNORM EN 12697-26, 2004)

Komplexer Schermodul G^* : Quotient aus Höchstspannung und Höchstdehnung bei harmonischer, sinusförmiger Schwingung (ÖNORM EN 14770, 2005)

Kontaktlast: erforderliche Last, um den richtigen Kontakt zwischen dem Probekörper, den Auflagern und dem Lastübertragungsschaft aufrechtzuerhalten (ÖNORM EN 14771, 2005)

m-Wert: Absolutwert des Anstiegs der Kurve des Logarithmus der Steifigkeit gegen den Logarithmus der Zeit (ÖNORM EN 14771, 2005)

LCL: untere Überwachungsgrenze (Eingriffs- oder Warngrenze)

OIML: Internationale Organisation für gesetzliches Messwesen (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995)

Phasenwinkel Φ : Phasenwinkel; $\arctan(E_1/E_2)$ (ÖNORM EN 12697-26, 2004)

Phasenwinkel δ : Phasendifferenz zwischen Spannung und Dehnung bei harmonischer, sinusförmiger Schwingung (ÖNORM EN 14770, 2005)

Prüflast: Last, die zum Bestimmen der Steifigkeit des untersuchten bitumenhaltigen Bindemittels angewendet wird (ÖNORM EN 14771, 2005)

Raumdichte: Masse eines Probekörpers einschließlich aller Hohlräume, bezogen auf dessen Volumen bei einer bekannten Prüftemperatur (ÖNORM EN 12697-5, 2002)

Rohdichte: Hohlraumfreie Masse des Asphaltes (ohne Luftporen), bezogen auf dessen Volumen bei einer bekannten Prüftemperatur (ÖNORM EN 12697-5, 2002)

SHRP: Strategic Highway Research Program (Litzka, 1998)

Steifigkeitsmodul S : Absolutwert des komplexen Moduls $|E^*|$ (ÖNORM EN 12697-26, 2004)

UCL: obere Überwachungsgrenze (Eingriffs- oder Warngrenze)

3. Messabweichungen

Bei jeder Messung wird im einfachsten Fall eine Messgröße gemessen. Eine Messgröße kann nicht durch einen Wert alleine angegeben werden, es müssen auch die Bedingungen angeführt werden, bei denen die Messgröße ermittelt wird. Jedes Ergebnis, welches durch eine Messung ermittelt wird, ist eine Annäherung an den *wahren Wert*. Ein wahrer Wert einer Messgröße wird unter idealen Bedingungen erreicht, ohne äußere Einflüsse, die auf den Versuchsablauf störend einwirken. In der Praxis wird daher oft ein *richtiger Wert* bzw. ein Bezugswert angegeben. Wird nun eine Messung an einer Probe wiederholt, so erkennt man, dass das Ergebnis der Messung nie denselben Wert erreicht.

3.1 Komponenten der Messabweichung

Diese Schwankungen werden durch veränderliche Einflussgrößen hervorgerufen. Die gemessenen Werte liegen rund um den Bezugswert. Der dadurch entstehende Bereich wird als Messabweichung bezeichnet und ist bei jeder Messung anzugeben. Diese setzt sich aus zwei Komponenten zusammen, der systematischen Abweichung und der zufälligen Abweichung (siehe Abbildung 1). Unter gleichen Messbedingungen treten *systematische Abweichungskomponenten* immer mit dem gleichen Wert auf. Sie können, sofern sie erkannt werden, über einen *Korrekturfaktor* erfasst werden, um den Einfluss auszugleichen. Wird die systematische Abweichungskomponente nicht erkannt, wird sie in der Messunsicherheit berücksichtigt. Zufällige Abweichungen sind nicht erfassbare Abweichungen, die durch Änderungen der Einflussgrößen entstehen, was zur Folge hat, dass bei Messungen unter *Wiederholbedingungen* unterschiedliche Ergebnisse auftreten. Die mögliche Ursachenquelle kann in vielen Bereichen liegen, zum Beispiel Temperatur- und Druckänderungen in der Umgebung, falsches Ablesen der Messanzeige oder falsche Handhabung bei der Probenherstellung bzw. der Probenentnahme. Jede dieser Abweichungen, sofern sich diese signifikant auf das Ergebnis auswirkt, wird in der Messunsicherheit berücksichtigt.

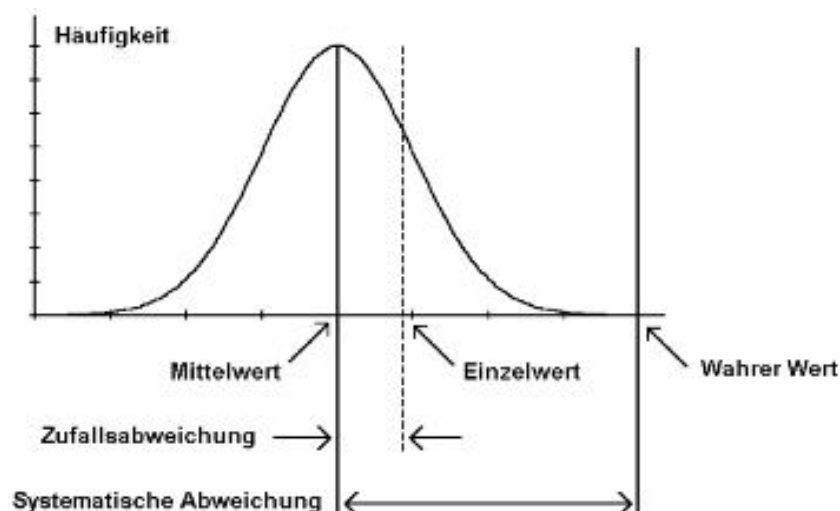


Abbildung 1: Messwerte bei gleichzeitigem Auftreten von zufälligen und systematischen Abweichungen (Eurolab Deutschland, 2006)

Wie bereits erwähnt, lässt sich die Messabweichung in zwei Komponenten unterteilen, welche unterschiedliche Auswirkungen auf das Messergebnis haben können. In Abbildung 2 wird schematisch dargestellt, welche Abweichungen einen Einfluss auf das Messergebnis bzw. auf die Messunsicherheit haben.

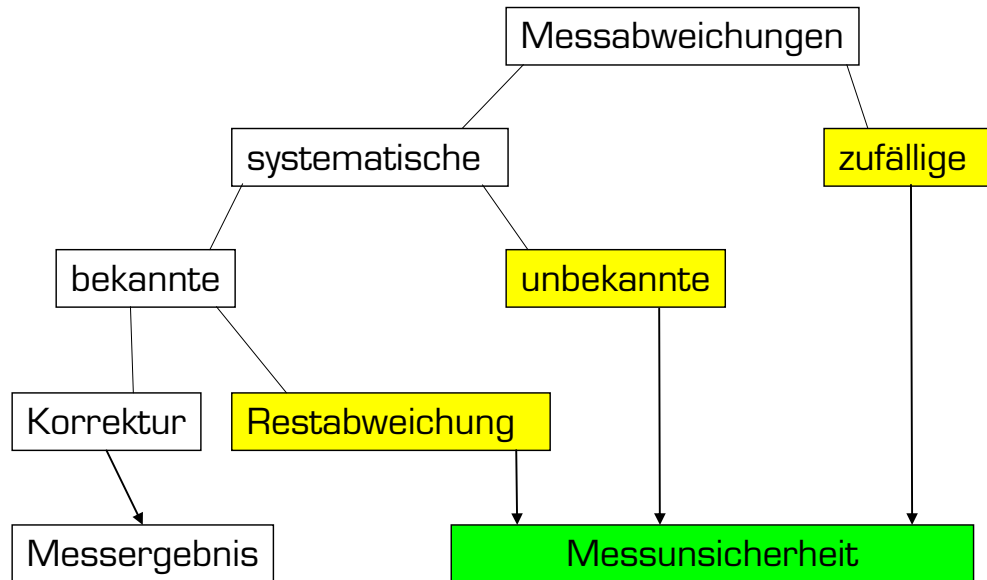


Abbildung 2: Mögliche Komponenten der Messabweichung und die jeweilige Zugehörigkeit zur Messunsicherheit (Dietrich E., Schulze A., 2003)

3.2 Einflüsse auf das Messergebnis

Wie in Kapitel 3.1 beschrieben, wirken verschiedene Einflüsse von außen auf den Versuchsablauf ein. Diese Einflüsse sind zwar nicht Bestandteil der zu messenden Größe, können das Messergebnis jedoch möglicherweise beeinflussen. Mögliche Ursachen können zum Beispiel Temperaturänderungen in der Umgebung, falsche Probenahme oder nicht ordnungsgemäße Lagerung des Prüfkörpers sein. Durch die Verwendung eines Ursachen-/Wirkungsdiagramms (siehe Abbildung 3) wird eine Auflistung der potentiellen Einflüsse erleichtert. Dabei unterteilt man in 5 Hauptkategorien:

- Prüfverfahren
- Material
- Prüfgerät
- Umgebung
- Personal

Jedem Hauptzweig können weitere Faktoren zugeordnet werden, die einen Einfluss auf die Messunsicherheit haben können (z.B. Material → Homogenität). Mit Hilfe von Validierungsversuchen können die einzelnen Einflüsse untersucht werden, um mögliche Rückschlüsse auf die Messunsicherheit zu erhalten.

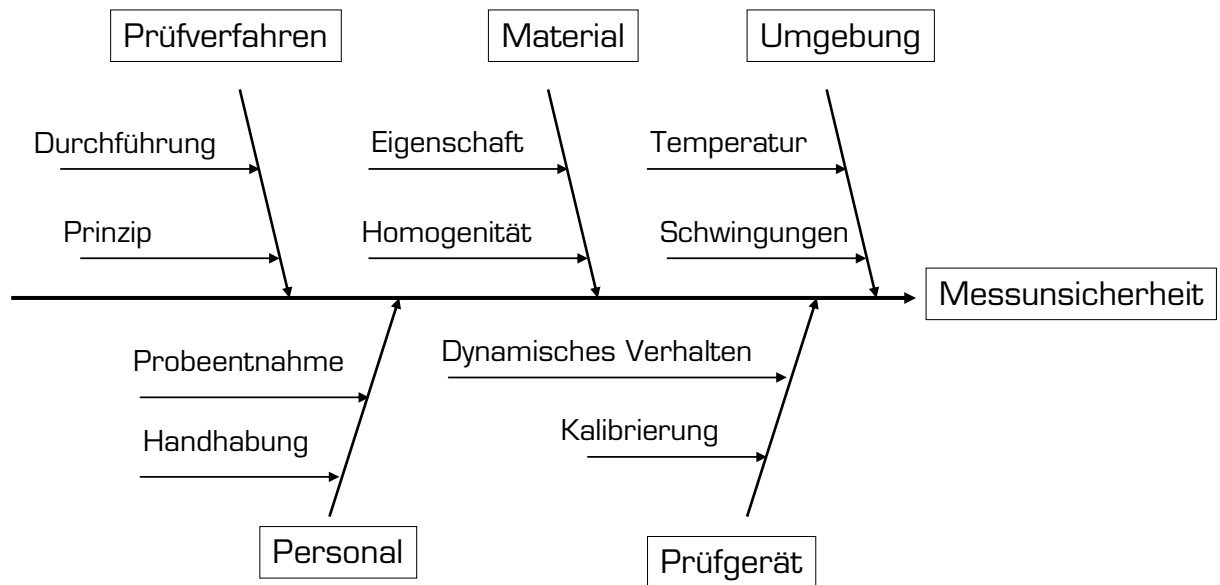


Abbildung 3: Ursachen-/Wirkungsdiagramm

Durch die Angabe der Messunsicherheit ist es möglich, eine Aussage über die Qualität bzw. über die Zuverlässigkeit des Prüfverfahrens zu machen. Es ist daher für jedes Prüflabor sinnvoll, zum Beispiel im Rahmen eines Qualitätsmanagementsystems ein Verfahren zur Ermittlung der Messunsicherheit anzuwenden. Die gängigsten drei Verfahren werden in den nächsten Kapiteln (siehe Kapitel 4, 5 und 6) vorgestellt.

4. Ermittlung der Messunsicherheit nach GUM (Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen)

In dem Dokument „Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen“ wird eine Vorgehensweise für die Ermittlung und für die Angabe der Messunsicherheit beschrieben. Das Dokument wurde von sieben Organisationen (*BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML*) herausgegeben und im Jahre 1995 vom Deutschen Institut für Normung in einer deutschen Übersetzung publiziert. Die in diesem Leitfaden enthaltenen Prinzipien sind auf ein breites Spektrum von Messungen anwendbar (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995):

- zur Qualitätsprüfung und Qualitätssicherung in der Produktion;
- zur Einhaltung und Durchsetzung von Gesetzen und Vorschriften;
- bei Forschungsarbeiten im Bereich der Grundlagenforschung, der angewandten Forschung und Entwicklung, in Wissenschaft und Technik;
- zur Kalibrierung von Normalen und Messgeräten und zur Durchführung von Prüfungen im Rahmen eines nationalen Kalibrierdienstes, um die Rückverfolgbarkeit auf nationale Normale zu ermöglichen;

Im Rahmen dieses Leitfadens wird keine Unterscheidung zwischen zufälligen und systematischen Abweichungen getroffen. Das Verfahren, welches in diesem Leitfaden beschrieben wird, ist eine analytisch-rechnerische Methode zur Ermittlung der Messunsicherheit auf Basis eines mathematischen Modells des Messverfahrens. Die Bestimmung der Messunsicherheit erfolgt in mehreren Schritten, die in den nächsten Kapiteln beschrieben werden (siehe Kapitel 4.1 bis 4.7).

4.1 Mathematisches Modell für das Prüfverfahren

Das Prüfverfahren zur Bestimmung einer Messgröße setzt sich aus vorbereitenden Arbeiten (z.B. Probenherstellung, eventuelle einzuhaltende Umgebungsbedingungen) und der Messung selbst zusammen. Durch das Prüfverfahren lassen sich als erstes alle relevanten Eingangsgrößen, die einen Einfluss auf das Messergebnis haben könnten, X_i (1, 2, ..., N) definieren bzw. auflisten. Eingangsgrößen können sein (EuroLab Deutschland, 2006):

- Konstituierende Messgrößen der Ergebnisgröße (z.B. Masse und Volumen, wenn die Dichte aus diesen beiden Größen bestimmt wird);
- Einflussgrößen (sind nicht Gegenstand der Messung, aber beeinflussen diese);
- Referenzgrößen (Größen, die der Kalibrierung oder der Korrektur systematischer Messabweichungen dienen);
- Kenngrößen für das Eingangs-/Ausgangsverhalten von Teilschritten des vollständigen Messverfahrens;

Die Auflistung der Einflussgrößen kann in einem Ursachen-/Wirkungsdiagramm erfolgen (siehe Abbildung 3). Sind alle Unsicherheitsquellen erfasst, besteht der nächste Schritt darin, eine mathematische Funktion (Gleichung 1) anzugeben, die die Ausgangsgröße in Abhängigkeit von den Eingangsgrößen beschreibt. Die mathematische Funktion kann als Gleichung – z.B. bei Bestimmung der Dichte eines Stoffes würde die Gleichung $\rho = m/V$ lauten – bzw. als Algorithmus vorliegen.

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N)$$

Gleichung 1

Dabei ist Y die Messgröße und X_1 bis X_N sind die Eingangsgrößen, von denen das Ergebnis abhängt. Diese Eingangsgrößen können ihrerseits als Messgrößen betrachtet werden, die aber auch von anderen Größen abhängig sind. Dies führt zu einer komplizierten Funktionsbeziehung f , die sich eventuell explizit gar nicht aufstellen lässt. Sie kann aber auch experimentell ermittelt werden oder als Algorithmus vorliegen, der numerisch ausgewertet wird (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995). Die Eingangsgrößen X_i beruhen auf dem *wahren Wert* bzw. dem *richtigen Wert*. Für die weitere Vorgehensweise wird jedoch der beste Schätzwert x_i benötigt. Den Schätzwert x_i erhält man aus einer Verteilung möglicher Werte der Eingangsgröße X_i (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995). Diese Wahrscheinlichkeitsverteilung kann entweder direkt aus der Messung der aktuellen Prüfreihe oder mit Hilfe von Daten aus externen Quellen ermittelt werden.

Der Leitfaden unterscheidet je nachdem, ob es sich um eine Häufigkeitsverteilung bzw. um eine A-priori Verteilung der Eingangsgrößen handelt, zwischen zwei Arten von Unsicherheitskomponenten. Wird die Eingangsgröße X_i direkt aus der Prüfreihe ermittelt, so wird sie als Typ A (siehe Kapitel 4.2) bezeichnet, werden externe Quellen herangezogen, so spricht man von Typ B (siehe Kapitel 4.3). Unsicherheiten werden durch Standardunsicherheiten ausgedrückt.

4.2 Ermittlung der Standardunsicherheit der einzelnen Eingangsgrößen nach Typ A

Bei der Ermittlung der Standardunsicherheit nach Typ A werden die einzelnen Eingangsgrößen direkt aus der aktuellen Messung ermittelt. Dies kann zum Beispiel aus einer einzelnen Beobachtung, mehrmaligen Beobachtungen oder aufgrund von Erfahrungswerten erfolgen (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995). Die Auswertung erfolgt durch eine statistische Analyse einer Messwertreihe. Dabei wird angenommen, dass die bei der Prüfung gewonnenen Werte x_1, x_2, \dots, x_n normalverteilt sind. Die Ergebnisse x_1, x_2, \dots, x_n sind die Schätzwerte der Eingangsgröße X_i und wurden unter Wiederholbedingungen gewonnen. Der in Gleichung 2 ermittelte arithmetische Mittelwert \bar{x}_i wird als Eingangsschätzwert x_i für die Eingangsgröße X_i in Gleichung 1 eingesetzt, um den Schätzwert y des Messergebnisses Y zu berechnen (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995).

$$\bar{x}_i = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n x_{i,k}$$

Gleichung 2

Die einzelnen Beobachtungen $x_{i,k}$ unterscheiden sich in ihrem Wert aufgrund von Streuungen der Einflussgrößen. Für die empirische Standardabweichung $s(x_{i,k})$ der Messwertreihe x_1, x_2, \dots, x_n gilt:

$$s(x_{i,k}) = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_{i,k} - \bar{x}_i)^2}$$

Gleichung 3

Die in Gleichung 3 berechnete empirische Standardabweichung kennzeichnet die Streuung der Beobachtungswerte $x_{i,k}$ um ihren Mittelwert \bar{x}_i . Für den besten Schätzwert der Varianz des Mittelwertes gilt (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995):

$$s^2(\bar{x}_i) = \frac{s^2(x_{i,k})}{n} \quad \text{Gleichung 4}$$

Gleichung 4 repräsentiert, wie gut \bar{x}_i den Erwartungswert von x_i schätzt. Die positive Quadratwurzel aus Gleichung 4 wird die „empirische Standardabweichung des Mittelwertes“ genannt.

Für die Eingangsgröße X_i beträgt die Standardunsicherheit $u(x_i)$ zu ihrem Schätzwert x_i :

$$u(x_i) = s(\bar{x}_i) \quad \text{Gleichung 5}$$

Legende für Gleichung 2 bis Gleichung 5:

n	Anzahl der Beobachtungen
$s(x_{i,k})$	Standardabweichung aus n Beobachtungen von $x_{i,k}$
$s^2(x_{i,k})$	Varianz aus n Beobachtungen von $x_{i,k}$
$u(x_i)$	Standardunsicherheit des Eingangsschätzwertes x_i
\bar{x}_i	arithmetischer Mittelwert der beobachteten Größen $x_{i,k}$
$x_{i,k}$	k -te Beobachtung der Eingangsgröße X_i

Die in Gleichung 5 ermittelte Standardunsicherheit wird als Standardunsicherheit von Typ A bezeichnet.

Die Anzahl der Beobachtungen muss groß genug sein, um sicherzustellen, dass \bar{x} einen zuverlässigen Schätzwert des Erwartungswertes μ_x der Zufallsgröße x darstellt. Weiters ist zu gewährleisten, dass $s^2(\bar{x})$ einen zuverlässigen Schätzwert für $\sigma^2(\bar{x})$ liefert.

Ist bereits eine zusammengefasste, empirische Standardabweichung s_p zur Charakterisierung der Messung verfügbar, gilt für die Standardunsicherheit $u = s_p / \sqrt{n}$ (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995). Die Anzahl der Freiheitsgrade v_i muss stets angegeben werden, wenn die Unsicherheitskomponente nach Typ A ermittelt wird (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995).

$$v_i = n - 1 \quad \text{Gleichung 6}$$

4.3 Ermittlung der Standardunsicherheit der einzelnen Eingangsgrößen nach Typ B

Eine weitere Möglichkeit die Standardunsicherheit einer Eingangsgröße zu ermitteln, ist die Methode nach Typ B. Dabei werden die Eingangsdaten für den Schätzwert x_i nicht über eine Messung ermittelt, sondern über externe Quellen. Dazu wird die Standardunsicherheit durch wissenschaftliche Beurteilungen ermittelt, die sich auf mögliche Informationen über die Streuung von X_i berufen.

Dazu zählen (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995):

- Daten aus früheren Messungen
- Kenntnisse über Verhalten und Eigenschaften des Materials und des Messgerätes
- Daten aus Kalibrierscheinen

Der richtige Gebrauch dieser Informationen für die Berechnung der Standardunsicherheit beruht auf Erfahrungen und allgemeinen Kenntnissen des Prüfverfahrens (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995). Betrachtet man die Informationen aus Handbüchern und Kalibrierzertifikaten, so liegt die Unsicherheit meistens als ein Vielfaches einer Standardabweichung vor. Dieses Vielfache ist der so genannte *Erweiterungsfaktor* k . Er gibt den Vertrauensbereich an, in dem das Ergebnis liegt und wird später noch ausführlicher behandelt. (siehe Kapitel 4.7) Die Standardunsicherheit $u(x_i)$ ergibt sich dann aus:

$$u(x_i) = \frac{\text{angegebenerWert}}{\text{Erweiterungsfaktor}} \quad \text{Gleichung 7}$$

Sollte kein Erweiterungsfaktor bekannt sein, können die Standardunsicherheiten auch anders ermittelt werden. Eine Möglichkeit besteht darin, die Unsicherheit in Form von Bereichen mit den Vertrauensniveaus von 90, 95 und 99 % anzugeben. Man darf annehmen, wenn nichts anderes angegeben ist, dass zur Berechnung der Unsicherheit eine Normalverteilung herangezogen wurde. Die entsprechenden Faktoren für die oben angegebenen Vertrauensniveaus sind 1.64, 1.96 und 2.58 (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995).

Exkurs: Wird angenommen, dass die Grundgesamtheit einer Eingangsgröße x normalverteilt ist, kennzeichnen die Parameter σ und μ die Normalverteilung. Bei einer Gesamtheit einer Eingangsgröße x mit Stichprobenumfang n wird s als Schätzwert für die Standardabweichung σ und \bar{x} als Schätzwert für den Mittelwert μ bezeichnet. s und \bar{x} nähern sich der Standardabweichung σ und dem Mittelwert μ umso besser an, je größer der Stichprobenumfang n wird. Für das Konstruieren eines Vertrauensbereich ist es wichtig, die Differenz zwischen $s^2(\bar{x})$ und $\sigma^2(\bar{x})$ zu berücksichtigen. Ist die Wahrscheinlichkeitsverteilung von x eine Normalverteilung, so ist es möglich, die Differenz durch die t -Verteilung zu berücksichtigen (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995). Die t -Verteilung wird auch oft als Studenten-Verteilung bezeichnet. Die t -Verteilung ist der Standardnormalverteilung sehr ähnlich. Der so genannte t -Wert errechnet sich aus dem Quotienten der Abweichung eines Stichprobenmittelwertes vom Parameter der Grundgesamtheit und dem Standardfehler des Mittelwertes der Grundgesamtheit. Die t -Verteilung ist jedoch unabhängig von σ und μ . Die Form der Verteilung wird durch den Freiheitsgrad bestimmt. (Sachs, 1992)

Weitere mögliche Fälle der Verteilung der Datenmenge sind:

- **Rechtecksverteilung**

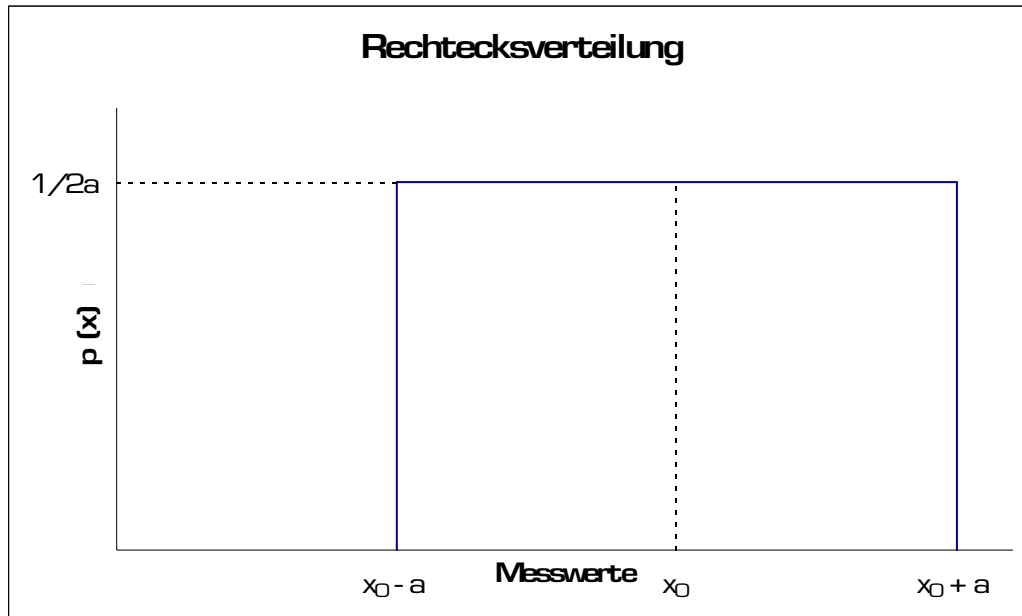


Abbildung 4: Rechtecksverteilung

Legende zu Abbildung 4:

- a halbe Weite einer Rechtecksverteilung
- x_0 Mittelwert einer Messwertreihe bzw. Erwartungswert
- $p(x)$ Wahrscheinlichkeitsdichte einer Zufallsgröße X_i

Bei einer Rechtecksverteilung nimmt man an, dass die Wahrscheinlichkeit, dass der Wert von X_i in dem Bereich von a_- bis a_+ liegt, für alle Messungen gleich eins ist. In diesem Fall wird für die Eingangsgröße X_i eine obere und untere Schranke bestimmt. Wenn der Wert X_i in diesem Bereich nicht bekannt ist, wird angenommen, dass im gesamten Bereich die gleiche Wahrscheinlichkeit für die Lage von X_i besteht. Entsprechend Abbildung 4 treten nur Werte zwischen $x_0 - a \leq x \leq x_0 + a$ auf. Der Schätzwert x_i liegt dann in der Mitte des Bereichs (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995).

$$x_i = \frac{(a_- + a_+)}{2} \quad \text{Gleichung 8}$$

und die zugehörige Standardunsicherheit $u(x_i)$ wird ermittelt durch:

$$u(x_i) = \frac{(a_+ - a_-)}{\sqrt{12}} \quad \text{Gleichung 9}$$

Wird die Differenz zwischen diesen beiden Schranken mit $2 \cdot a$ bezeichnet, so gilt für die Standardunsicherheit $u(x_i)$:

$$u(x_i) = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad \text{Gleichung 10}$$

Ist es wahrscheinlicher, dass sich die Werte von X_i eher in der Mitte eines Intervalls befinden, so kann eine Dreiecksverteilung angenommen werden:

- **Dreiecksverteilung**

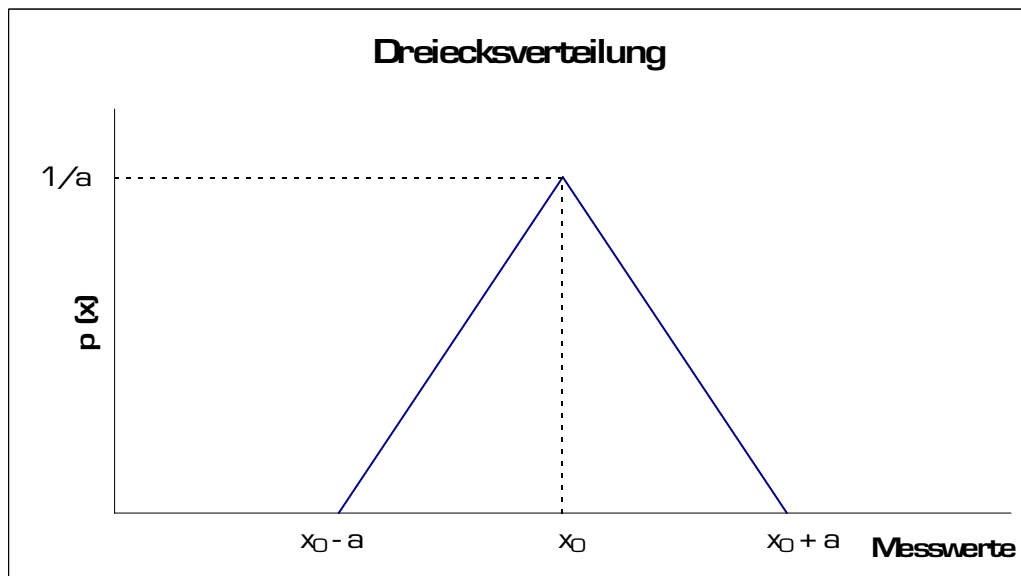


Abbildung 5: Dreiecksverteilung

Legende zu Abbildung 5:

a halbe Weite eines Intervalls

x_0 Mittelwert einer Messwertreihe bzw. Erwartungswert

$p(x)$ Wahrscheinlichkeitsdichte einer Zufallsgröße X_i

Bei einer Dreiecksverteilung wird die Standardunsicherheit $u(x_i)$ für die Eingangsgröße X_i wie folgt bestimmt (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995):

$$u(x_i) = \frac{a_+ - a_-}{\sqrt{6}} \quad \text{Gleichung 11}$$

Für eine Differenz des Intervall von $2 \cdot a$ vereinfacht sich Gleichung 11 zu:

$$u(x_i) = \frac{a}{\sqrt{6}} \quad \text{Gleichung 12}$$

Bei der Rechtecksverteilung wird angenommen, dass die Wahrscheinlichkeit, dass der Wert von X_i außerhalb der beiden Schranken a_- und a_+ liegt, gleich null ist. Dies ist in der Physik jedoch unrealistisch. Für diesen Zweck gibt es, neben der Rechtecksverteilung, die Trapezverteilung:

- **Trapezverteilung**

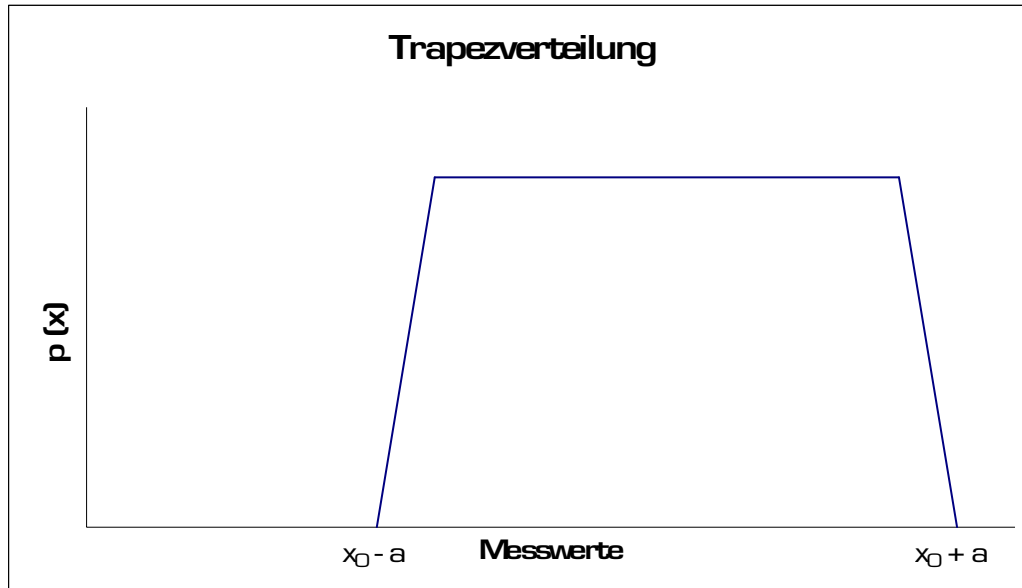


Abbildung 6: Trapezverteilung

Legende zu Abbildung 6:

x_0 Mittelwert einer Messwertreihe bzw. Erwartungswert

$p(x)$ Wahrscheinlichkeitsdichte einer Zufallsgröße X_i

Bei einer Trapezverteilung ist es wahrscheinlicher, dass die Werte von X_i eher in der Mitte liegen als im Bereich der Schranken. Es wird daher eine symmetrische Trapezverteilung mit gleicher Steigung der Seitenkanten angenommen (siehe Abbildung 6) (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995). Es wird eine untere Grundlinie von $a_+ - a_- = 2 \cdot a$ und eine obere Grundlinie von $2 \cdot a \cdot \beta$, wobei $0 \leq \beta \leq 1$, angenommen. Gilt für den Schätzwert $x_i = (a_- + a_+)/2$, so ist die Standardunsicherheit $u(x_i)$:

$$u(x_i) = \sqrt{\frac{a^2(1 + \beta^2)}{6}}$$

Gleichung 13

Legende:

β Eckenparameter

Nähert sich β gegen 1, nähert sich die Trapezverteilung einer Rechtecksverteilung. Ist β gleich null wird die Trapezverteilung eine Dreiecksverteilung (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995).

Für die Ermittlung der Standardunsicherheit nach Typ B müssen für die einzelnen Eingangsgrößen X_i zuverlässige Informationen vorhanden sein.

Unsicherheitskomponenten dürfen nicht doppelt gezählt werden. Wenn die Unsicherheitskomponente nach Typ B ermittelt wurde, ist sie nur soweit als selbständige Unsicherheitskomponente zu betrachten, wie ihr Einfluss nicht zu bereits beobachteten Streuungen beigetragen hat. Die Unsicherheit, die sich aus dem zur beobachteten Streuung beitragenden Teil des Einflusses ergibt, ist bereits in der Standardunsicherheit des Typs A enthalten (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995).

Methode B (siehe Kapitel 4.3) ist genau so zuverlässig wie Methode A (siehe Kapitel 4.2), vor allem wenn für die Ermittlung nach Typ A kaum Beobachtungen vorhanden sind.

Um die kombinierte Standardunsicherheit $u_c(y)$ (siehe Kapitel 4.6) für die Messgröße Y zu bestimmen, wird neben der Standardunsicherheit $u(x_i)$ der Empfindlichkeitskoeffizient c_i benötigt. Der Empfindlichkeitskoeffizient beschreibt die Abhängigkeit der Messgröße Y von den Eingangsgrößen X_i (siehe Kapitel 4.4)

4.4 Empfindlichkeitskoeffizient

Der Empfindlichkeitskoeffizient beschreibt, wie die Messgröße Y bei der Veränderung der Werte für die Eingangsgrößen X_i variiert (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995).

$$c_i = \left. \frac{\partial f}{\partial X_i} \right|_{X_1=x_1, \dots, X_n=x_n} \quad \text{Gleichung 14}$$

Der Empfindlichkeitskoeffizient kann über die partielle Ableitung der Funktionsbeziehung f ermittelt werden. Anstelle einer Berechnung werden Empfindlichkeitskoeffizienten auch experimentell bestimmt: Dabei wird die Veränderung von Y gemessen, die durch ein bestimmtes X_i hervorgerufen wird. In diesem Fall wird die Funktion entsprechend auf eine empirische Taylor-Reihenentwicklung erster Ordnung reduziert (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995).

Der einzelne Beitrag zur kombinierten Standardunsicherheit $u_c(y)$ wird aus dem Produkt $u_i(y) = c_i \cdot u(x_i)$ ermittelt. Bevor jedoch die gesamte kombinierte Standardunsicherheit berechnet wird, wird überprüft, ob die einzelnen Eingangsgrößen untereinander unabhängig sind. Sind Eingangsgrößen voneinander abhängig, so wird zur Berechnung der kombinierten Standardunsicherheit die Kovarianz herangezogen (siehe Kapitel 4.5).

4.5 Kovarianzen

Sollten zwei Eingangsgrößen voneinander abhängig sein oder beide Größen von einer dritten abhängen, so ist es erforderlich, für die Berechnung der Standardabweichung die entsprechende Kovarianz zu berechnen.

Die Kovarianz zweier Eingangsgrößen X_i und X_j kann als Null angesehen werden, wenn (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995):

- X_i und X_j voneinander unabhängig sind, zum Beispiel weil sie mehrmals, jedoch nicht gleichzeitig in verschiedenen Experimenten gemessen wurden oder weil sie Ergebnisgrößen aus verschiedenen unabhängigen Ermittlungen darstellen;
- wenn eine der Größen X_i und X_j konstant ist;
- die Information zur Errechnung der Kovarianz der beiden Größen unzureichend ist;

Eingangsgrößen sind häufig korrelierend, weil dieselben Normale oder Messgeräte zum Schätzen der Werte x_i der Eingangsgröße X_i verwendet werden. Ist dies der Fall, so ist die Abhängigkeit nicht zu vernachlässigen, und es kann eine signifikante Korrelation bestehen (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995). Die Korrelation zweier Eingangsgrößen, X_i und X_j , kann durch die Kovarianz $s(x_{i,k}, x_{j,k})$ geschätzt werden, die man aus n unabhängigen Paaren gleichzeitiger Beobachtungen der Größen x_i und x_j erhält (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995).

$$s(x_{i,k}, x_{j,k}) = \frac{1}{n-1} \sum_{k=1}^n (x_{i,k} - \bar{x}_i) \cdot (x_{j,k} - \bar{x}_j) \quad \text{Gleichung 15}$$

Legende für Gleichung 15 bis Gleichung 18:

n	Anzahl der Beobachtungen
$s(x_{i,k}, x_{j,k})$	Standardabweichung der beiden korrelierenden Eingangsgrößen X_i und X_j
$s(x_i, x_j)$	Schätzwert der Kovarianz zu den Eingangsmittelwerten \bar{x}_i und \bar{x}_j
$u(x_i, x_j)$	Geschätzte Kovarianz zu den beiden Eingangsschätzwerten x_i und x_j
$x_{i,k}$	k -te Beobachtungsgröße der Messwertreihe von x_i
$x_{j,k}$	k -te Beobachtungsgröße der Messwertreihe von x_j
\bar{x}_i	arithmetischer Mittelwert der beobachteten Größen $x_{i,k}$
\bar{x}_j	arithmetischer Mittelwert der beobachteten Größen $x_{j,k}$

Die geschätzte Kovarianz der beiden Mittelwerte \bar{x}_i und \bar{x}_j wird wie folgt angegeben (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995):

$$s(\bar{x}_i, \bar{x}_j) = \frac{s(x_{i,k}, x_{j,k})}{n} \quad \text{Gleichung 16}$$

Für die Unsicherheitskomponenten zweier korrelierter Eingangsgröße X_i und X_j gilt somit (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995):

$$u(x_i, x_j) = s(\bar{x}_i, \bar{x}_j) \quad \text{Gleichung 17}$$

Bei Kovarianzen handelt es sich normalerweise um Größen mit unhandlichen Dimensionen und Größenordnungen (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995). Durch die Normierung der Kovarianz erhält man den Korrelationskoeffizienten r (Adunka, 1998).

Der Korrelationskoeffizient r ist ein Maß für die relative Abhängigkeit zweier Variablen und wird wie folgt berechnet (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995):

$$r(x_i, x_j) = r(x_j, x_i) = \frac{s(x_i, x_j)}{s(x_i) \cdot s(x_j)} \quad \text{Gleichung 18}$$

Der Korrelationskoeffizient ist eine reine Zahl und es gilt $-1 \leq r(x_i, x_j) \leq +1$. Bei $r = \pm 1$ besteht vollständige Korrelation, und bei $r = 0$ sind die beiden Eingangsgrößen statistisch gesehen voneinander unabhängig (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995). Die in den Kapitel 4.2, 4.3, 4.4, und 4.5 ermittelten Werte dienen zur Ermittlung der kombinierten Standardunsicherheit $u_c(y)$. Sie ist die positive Quadratwurzel aus der kombinierten Varianz (siehe Kapitel 4.6, Gleichung 19).

4.6 Ermittlung der kombinierten Standardunsicherheit

Durch entsprechendes Kombinieren der Standardunsicherheiten zu den Eingangsschätzwerten x_1, x_2, \dots, x_N erhält man die Standardunsicherheit von y . Diese wird als kombinierte Standardunsicherheit $u_c(y)$ bezeichnet. Die kombinierte Standardunsicherheit $u_c(y)$ ist eine geschätzte Standardabweichung und kennzeichnet die Streuung der Ergebnisse, die der Messgröße Y zugeordnet werden können. Gleichung 19 bis Gleichung 22 beruhen auf einer Näherung erster Ordnung einer Taylor-Reihe und stellen das Unsicherheitsfortpflanzungsgesetz dar (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995). Die kombinierte Standardunsicherheit $u_c(y)$ ist die positive Quadratwurzel aus der kombinierten Varianz (Gleichung 19). Die kombinierte Varianz $u_c^2(y)$ errechnet sich bei unkorrelierten Eingangsgrößen wie folgt (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995):

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i) \quad \text{Gleichung 19}$$

Bei Korrelation der Eingangsgrößen gilt für die kombinierte Varianz $u_c^2(y)$:

$$\begin{aligned} u_c^2(y) &= \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} u(x_i, x_j) = \\ &= \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} u(x_i, x_j) \end{aligned} \quad \text{Gleichung 20}$$

Durch die Berechnung des Korrelationskoeffizienten r aus Gleichung 18 kann Gleichung 20 wie folgt vereinfacht werden:

$$\begin{aligned}
 u_c^2(y) &= \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} u(x_i, x_j) = \\
 &= \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} u(x_i) \cdot u(x_j) \cdot r(x_i, x_j)
 \end{aligned}$$

Gleichung 21

Im Sonderfall für $r(x_i, x_j) = 1$ reduziert sich Gleichung 21 auf:

$$u_c^2(y) = \left(\sum_{i=1}^N \frac{\partial f}{\partial x_i} u(x_i) \right)^2$$

Gleichung 22

Die Modellfunktion f aus Gleichung 1 beinhaltet mehrere Eingangsgrößen. Für die Berechnung einer kombinierten Standardunsicherheit werden zuerst die einzelnen Standardunsicherheiten der Eingangsgrößen berechnet, um anschließend die kombinierte Standardunsicherheit zu ermitteln. Gleichung 23 ist eine Vereinfachung von Gleichung 22, wobei in den einzelnen Standardunsicherheiten der Empfindlichkeitskoeffizient bereits mit eingerechnet worden ist.

$$u_c(y) = \sqrt{u_1^2(y) + u_2^2(y) + \dots + u_N^2(y)}$$

Gleichung 23

Gleichung 23 ist gültig, wenn die Modellfunktion f nur linear von x abhängt (z.B. $y = x_1 + x_2 + \dots + x_3$). Bei Produkten und Quotienten, z.B. $y = (x_1 \cdot x_2) / x_3$ gilt (Eurolab-Deutschland Chemische Analytik, Mess- und Prüftechnik, Februar 2004):

$$u_c(y) = y \sqrt{\left(\frac{u^2(x_1)}{x_1} \right)^2 + \left(\frac{u^2(x_2)}{x_2} \right)^2 + \left(\frac{u^2(x_3)}{x_3} \right)^2}$$

Gleichung 24

Die so ermittelte kombinierte Standardunsicherheit kann als Angabe der Unsicherheit einer Messgröße verwendet werden. In einigen Gebieten der Technik ist es jedoch erforderlich, die Unsicherheit in Form eines Bereiches um das Messergebnis anzugeben, von dem anzunehmen ist, dass dieser Bereich einen großen Anteil der Werte umfasst, die der gemessenen Größe sinnvoll zuzuordnen sind (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995). Dieser Bereich wird erweiterte Messunsicherheit genannt (siehe Kapitel 4.7)

4.7 Erweiterte Messunsicherheit

Die erweiterte Unsicherheit wird mit U bezeichnet und erfüllt die Forderung, dass das Messergebnis mit einer gewissen Wahrscheinlichkeit innerhalb dieses Bereiches liegt. Sie errechnet sich aus der kombinierten Standardunsicherheit $u_c(y)$ (siehe Kapitel 4.6) und dem Erweiterungsfaktor k (DIN Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995).

$$U = k \cdot u_c(y)$$

Gleichung 25

Die Verteilung von Messergebnissen charakterisiert eine Wahrscheinlichkeitsverteilung. U definiert einen Bereich, der einen großen Anteil p dieser Wahrscheinlichkeitsverteilung umfasst. p stellt die Überdeckungswahrscheinlichkeit oder den Grad des Vertrauens des Bereiches dar. Die Wahl des Wertes, der für den Erweiterungsfaktor k verwendet wird, wird auf Grundlage des, für den Bereich $y - U$ bis $y + U$, geforderten Grad des Vertrauens gewählt. Normalerweise liegt k zwischen 2 und 3 (DIN Leitfa-den zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995).

- $k = 2$ liefert einen Grad p des Vertrauens von 95 %
- $k = 3$ liefert einen Grad p des Vertrauens von 99 %

Als letzter Schritt erfolgt eine ausreichende Dokumentation über die Bestimmung der Messunsicherheit, sowie die Angabe des Messergebnisses (siehe Kapitel 4.8).

4.8 Messergebnis

Das Messergebnis wird gemeinsam mit der kombinierten Standardunsicherheit $u_c(y)$ (siehe Kapitel 4.6) bzw. mit der erweiterten Messunsicherheit (siehe Kapitel 4.7) dokumentiert. Das endgültige Messergebnis beträgt dann:

$$Y = y \pm k \cdot u_c(y)$$

Gleichung 26

Wenn die erweiterte Unsicherheit U das Maß für die Messunsicherheit ist, sollten folgende Punkte bei der Angabe eines Messergebnisses dokumentiert sein (DIN Leitfa-den zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995):

- a) vollständige Beschreibung wie die Messgröße Y definiert ist;
- b) das Messergebnis in der Form $Y = y \pm U$ angeben; ebenso die Einheiten von y und U ;
- c) den zur Ermittlung von U verwendeten Wert k angeben;
- d) den angenäherten Grad des Vertrauens angeben sowie die Methode seiner Ermittlung;
- e) folgende Informationen angeben oder auf Publikationen verweisen, die diese Informationen enthalten:
 - a. den Wert aller Eingangsschätzwerte x_i und ihre Standardunsicherheiten $u(x_i)$;
 - b. die den korrelierten Eingangsschätzwerten zugeordneten geschätzten Kovarianzen oder den Korrelationskoeffizienten;
 - c. die Freiheitsgrade für die Standardunsicherheit aller Eingangsschätzwerte;
 - d. die Funktionsbeziehung $Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N)$;

Aus Gründen der Übersichtlichkeit ist es sinnvoll, die Größen, die zur Unsicherheit einer Messung beitragen, in tabellarischer Form zu erfassen und gleichzeitig Schätzwert, Standardmessunsicherheit, Empfindlichkeitskoeffizient sowie den Unsicherheitsbeitrag der einzelnen Eingangsgrößen anzugeben (siehe Tabelle 1).

Tabelle 1: Schematische Darstellung einer Protokollierung der Beträge die für die Angabe der Unsicherheit benötigt werden (DKD-3, Jänner 1998)

Größe	Schätzwert	Standardunsicherheit	Sensitivitätskoeffizient	Unsicherheitsbeitrag
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$
X_1	x_1	$u(x_1)$	c_1	$u_1(y)$
X_2	x_N	$u(x_2)$	c_2	$u_2(y)$
:	:	:	:	:
X_N	x_N	$u(x_N)$	c_N	$u_N(y)$
Y	y			$u_c(y)$

Die in Kapitel 4 beschriebene Methode bezieht sich darauf, dass für die Bestimmung der Messunsicherheit, das Messverfahren in einem mathematischen Modell beschrieben wird. Dabei wird für jede Eingangsgröße eine Standardunsicherheit (siehe Kapitel 4.2, 4.3 und 4.5) bestimmt und mit Hilfe der einzelnen Komponenten eine kombinierte Standardunsicherheit (siehe Kapitel 4.6) berechnet. Eine weitere Möglichkeit zur Bestimmung der Messunsicherheit stellt die Verwendung von empirischen Daten z.B. aus Ringversuchen dar. Dabei werden ganzheitliche Verfahrenskenngrößen - wie *Richtigkeit* und *Präzision* - zur Bestimmung der Messunsicherheit herangezogen (siehe Kapitel 5).

5. Ringversuche zur Ermittlung der Messunsicherheit

Die in Kapitel 4 beschriebene Methode „Ermittlung der kombinierten Messunsicherheit nach GUM“ dient der Ermittlung der Messunsicherheit eines Prüfverfahrens in einem einzelnen Laboratorium. Dabei werden die Unsicherheiten der einzelnen Komponenten bzw. einzelner Arbeitsschritte betrachtet. Es gibt aber auch die Möglichkeit, empirische Verfahren anzuwenden. Dabei wird die Ergebnisqualität des Prüfverfahrens bewertet. Die zu diesem Zweck benötigten Kennwerte werden aus Ringversuchen gewonnen. Ringversuche dienen der Ermittlung von Präzisions- und Richtigkeitsmaßen eines vereinheitlichten Messverfahrens. Die Kennwerte *Präzision* und *Richtigkeit* beschreiben die Genauigkeit eines Prüfverfahrens. Die Bestimmung der Präzision ist erforderlich, weil Prüfungen an identischen Materialien unter gleichen Bedingungen selten zu gleichen Ergebnissen führen. Die Bestimmung der Richtigkeit ist für die systematische Abweichung eines Prüfverfahrens von Bedeutung.

Die *Präzision* beschreibt die Streuung der Messwerte zwischen den wiederholten Messungen. Die Unterschiede in den jeweiligen Messwerten sind auf Zufallsabweichungen zurückzuführen. Die Faktoren, die das Messergebnis beeinflussen, können nicht vollständig beherrscht werden. Es gibt viele unterschiedliche Faktoren die zu einer Schwankung der Ergebnisse eines Messverfahrens beitragen. In der DIN ISO 5725-1 wird in folgende Faktoren unterteilt:

- Laborant
- Prüfgeräte
- Kalibrierung der Geräte
- Umgebung (Temperatur, Feuchte)
- Zeitabstand zwischen den Messungen

Bei der Bestimmung der Präzision wird unterschieden, ob die Messergebnisse unter *Wiederholbedingungen* oder unter *Vergleichbedingungen* gewonnen wurden. Die angegebenen Faktoren ändern sich unter Wiederholbedingungen nicht. Unter Vergleichbedingungen ist eine Änderung der genannten Faktoren möglich. Die Vergleichpräzision beschreibt ein Maximum der Ergebnisstreuung, während die Wiederholpräzision das Minimum einer Ergebnisstreuung beschreibt. Auch eine Bestimmung der Präzision eines Messverfahrens zwischen diesen beiden Extremwerten ist möglich. Zur Ermittlung der Präzision zwischen diesen beiden Extremwerten werden in der ISO 5725-3 Verfahren für die Ermittlung der Präzision unter Zwischenbedingungen genannt (siehe Kapitel 5.3). Die Präzision wird normalerweise mittels Standardabweichung ausgedrückt (DIN ISO 5725-1, 1997).

Die *Richtigkeit* bezieht sich auf die Annäherung des gemessenen Wertes an einen Bezugswert. Die Richtigkeit ist nur dann von Bedeutung, wenn ein *wahrer Wert* bekannt ist bzw. wenn ein geeignetes Referenzmaterial für das gemessene Merkmal vorhanden ist. Die Richtigkeit wird normalerweise mittels der systematischen Abweichungskomponente ausgedrückt (DIN ISO 5725-1, 1997).

Diese beiden Kennwerte (Präzision, Richtigkeit) beschreiben die Genauigkeit eines Prüfverfahrens. Mit Hilfe dieser ganzheitlichen Verfahrenskennwerte ist der Ringversuch eine weitere Methode neben dem GUM (siehe Kapitel 4) für die Unsicherheitsermittlung eines Messverfahrens.

In der DIN ISO 5725 Teil 1-6 wird der Anwendungsbereich von Ringversuchen beschrieben. Zweck dieser Norm ist (DIN ISO 5725-1, 1997):

- Erklärung der allgemeinen Grundlagen zum Verständnis der Genauigkeitsermittlung von Messverfahren und deren Anwendung;
- Bereitstellung einer Grundmethode zur Schätzung der Extremmaße für die Präzision von Messverfahren mittels Versuch;
- Bereitstellung eines Verfahrens zur Gewinnung von Zwischenmaßen der Präzision unter Angabe der Anwendungsbedingungen sowie Methoden für deren Schätzung;
- Bereitstellung von Grundmethoden zur Feststellung der Richtigkeit eines Messverfahrens;
- Bereitstellung von Alternativmethoden zur Ermittlung von Präzision und Richtigkeit von Messverfahren;
- Vorstellung einiger praktischer Anwendungen;

Zur Bestimmung der Messunsicherheit unter Verwendung von Ringversuchen wird in diesem Kapitel vor allem auf die allgemeinen Grundlagen (siehe Kapitel 5), auf die Bereitstellung einer Grundmethode zur Schätzung der Präzision (siehe Kapitel 5.2) und auf einige Fälle zur praktischen Anwendung im Laborbereich eingegangen (siehe Kapitel 5.11).

5.1 Planung von Ringversuchen

Die Planung von Ringversuchen sollte die Aufgabe eines Sachverständigengremiums sein, das mit dem Messverfahren und seiner Anwendung vertraut ist. Dabei sollten bei der Planung folgende Fragen in Betracht gezogen werden (DIN ISO 5725-1, 1997):

- Ist eine zufriedenstellende Norm für das Messverfahren vorhanden?
- Wie viele Labors sollten am Ringversuch teilnehmen?
- Wie sollten die Labors herangezogen werden und welche Forderungen sollten sie erfüllen?
- Wie viele Merkmalsniveaus sollten im Ringversuch behandelt werden?
- Was sind die geeigneten Materialien für die Repräsentation dieser Merkmalsniveaus und wie sollten diese vorbereitet werden?
- Welche Anzahl von Proben soll verwendet werden?

Auf die einzelnen Fragen wird im Rahmen dieser Arbeit nicht eingegangen. Sie dienen dazu, einen Einblick in den Aufbau eines Ringversuchs zu gewähren.

Bei der Materialauswahl für Ringversuche ist darauf zu achten, dass das verwendete Material dasjenige repräsentiert, auf welches das Messverfahren normalerweise angewandt wird. Wird die Messung an festen Materialien durchgeführt, die nicht homogenisiert werden können und kann die Messung am selben Probestück nicht wiederholt werden, wird diese Ungleichmäßigkeit im Material ein Bestandteil der Präzision sein. Es können Ringversuche durchgeführt werden, aber die Präzisionswerte können nur für das verwendete Material gelten und sind als solche zu notieren (DIN ISO 5725-1, 1997). Die Ermittlung von Präzisionswerten setzt voraus, dass die Präzision entweder unabhängig vom Material ist oder dass sie in einer vorhersagbaren Art und Weise vom Material abhängt. In Kapitel 5.9 wird auf die möglichen funktionalen Zusammen-

hänge zwischen der Präzision eines Messverfahrens und dem Gesamtmittelwert eines Merkmalsniveaus näher eingegangen.

Bei der Auswertung eines Ringversuchs werden die Wiederholstandardabweichung s_r und die Vergleichstandardabweichung s_R ermittelt. Mit ihrer Hilfe ist es möglich, die Messunsicherheit eines Prüfverfahrens unter bestimmten Bedingungen zu ermitteln (siehe Kapitel 5.10). Statt der Wiederholstandardabweichung s_r und der Vergleichstandardabweichung s_R ist es auch möglich, die Wiederholgrenze r und die Vergleichsgrenze R zu dokumentieren (weiterführende Erklärungen über die Verwendungsmöglichkeiten von der Wiederholgrenze r und der Vergleichsgrenze R siehe Kapitel 5.11.1). In der Praxis können diese Genauigkeitswerte (Präzision, Richtigkeit) für verschiedene Situationen angewandt werden (DIN ISO 5725-6, 2002):

- Bereitstellen eines vereinheitlichten Verfahrens zur Ermittlung der Grenze der Wiederholpräzision und Vergleichpräzision, die bei der Prüfung der Ermittlungsergebnisse anzuwenden sind (siehe Kapitel 5.11.1).
- Bereitstellen eines Verfahrens zur Beurteilung der Annehmbarkeit von Ermittlungsergebnissen unter Wiederholbedingungen oder Vergleichbedingungen (siehe Kapitel 5.11.2)
- Beschreiben wie die Stabilität von Ergebnissen in einem Labor während einer Zeitspanne zu beurteilen ist, zur Bereitstellung eines Verfahrens zur „Qualitätsprüfung“ der Tätigkeiten im Labor (siehe Kapitel 5.11.3).

Für die Schätzung der Präzision eines Prüfverfahrens wird ein statistisches Modell benötigt. In der DIN ISO 5725-2 wird für die Schätzung der Präzision ein statistisches Grundmodell zur Verfügung gestellt (siehe Kapitel 5.2).

5.2 Statistisches Modell

Um die Richtigkeit und die Präzision eines Verfahrens zu schätzen, kann das Ergebnis als eine Summe von drei Komponenten betrachtet werden: dem Gesamtmittelwert m , einer systematischen Abweichungskomponente B des Labors und einer zufälligen Abweichung e . (DIN ISO 5725-2, 2002)

$$y = m + B + e \quad \text{Gleichung 27}$$

Dieses Modell (Gleichung 27) berücksichtigt homogene Materialien, bei heterogenen Stoffen wird eine zusätzliche Größe H eingeführt. Die Größe H repräsentiert die Schwankungen zwischen den Proben (DIN ISO 5725-5, 2002):

$$y = m + B + H + e \quad \text{Gleichung 28}$$

Die verwendeten Variablen für Gleichung 27 und Gleichung 28 werden in den folgenden Kapiteln 5.2.1 bis 5.2.4 näher beschrieben.

5.2.1 Gesamtmittelwert m

Der in einer Messung ermittelte Wert bezieht sich auf das Merkmalsniveau eines Prüfverfahrens (bei der Bestimmung der Nadelpenetration z.B. stellt die Eindringtiefe der Nadel in Zehntel-Millimeter das Merkmalsniveau dar, siehe Kapitel 0). Das Merkmalsniveau ist im Vorhinein bekannt oder wird durch das Messverfahren festgelegt. Der

Gesamtmittelwert m ist der über alle Ermittlungsergebnisse gezogene Mittelwert (siehe Kapitel 5.8, Gleichung 48). Der in einem Ringversuch gewonnene Wert von m hängt vom *wahren Wert* (Definition siehe Kapitel 2) und vom Messverfahren ab, nicht aber von dem Labor, dem Laborant, von der Geräteausrüstung und vom Zeitabstand zwischen den Messungen (DIN ISO 5725-3, 2003). In einigen Situationen ist der Gesamtmittelwert m nicht gleich dem wahren Wert. Die Differenz dieser beiden Werte wird als systematische Abweichungskomponente bezeichnet und ist für die Richtigkeit eines Messverfahrens von Bedeutung. Vergleicht man das Ermittlungsergebnis mit einem Referenzwert, mit einem vorgegebenen Wert (vertraglich vereinbart, Norm) oder mit Messwerten, die unter Anwendung eines anderen Messverfahrens gewonnen wurden, sollte die systematische Abweichungskomponente eines Messverfahrens in Betracht gezogen werden. Bei einem Vergleich der Werte innerhalb eines Messverfahrens kann die Berechnung einer systematischen Abweichungskomponente entfallen, weil die systematische Abweichungskomponente ohne Einfluss auf die Präzision ist (DIN ISO 5725-3, 2003).

5.2.2 Systematische Abweichungskomponente eines Labors B

Neben dem Gesamtmittelwert m beinhaltet das statistische Modell die systematische Abweichungskomponente eines Labors B . Sie gibt die systematische Abweichung eines in einem Labor gewonnenen Wertes vom Gesamtmittelwert m an und ist unabhängig von den zufälligen Abweichungen einer Messung. Das in der DIN ISO 5725-1 angegebene Verfahren setzt voraus, dass die laborbedingten systematischen Abweichungen normalverteilt sind. Die Größe B geht über die Varianz zwischen den Labors in Gleichung 27 ein (siehe Kapitel 5.8, Gleichung 50). Unter Wiederholbedingungen ist die Größe B als konstant zu betrachten (DIN ISO 5725-3, 2003). Im grundlegenden Ringversuch beinhaltet die Größe B die Unterschiede zwischen den Laboranten und der Geräteausstattung bzw. werden diese beiden Einflussfaktoren nicht getrennt voneinander betrachtet (DIN ISO 5725-1, 1997). In der Größe B sind jedoch auch noch andere Einflussfaktoren enthalten. Es werden vier Einflussfaktoren bei den Messbedingungen innerhalb eines Labors betrachtet, die eine Schwankung der Ergebnisse hervorrufen (DIN ISO 5725-3, 2003). Diese vier Einflussfaktoren sind (DIN ISO 5725-3, 2003):

- Zeitabstand: Wird der Versuch innerhalb einer kurzen Zeitspanne wiederholt, werden die Umgebungsbedingungen, z.B. Temperatur, Luftfeuchtigkeit, gering schwanken.
- Kalibrierung: Bezieht sich auf einen Kalibrierprozess, der im Labor in regelmäßigen Abständen zwischen den Serien von Ermittlungen durchgeführt wird (DIN ISO 5725-6, 2002)
- Laborant
- Geräteausrüstung

Bei Ermittlung der Präzision unter Wiederholbedingungen tragen diese Einflussfaktoren nicht zur Schwankung der Ermittlungsergebnisse bei. Unter Vergleichbedingungen sind die einzelnen Einflussfaktoren verändert und tragen zur Schwankung des Ermittlungsergebnisses bei (DIN ISO 5725-3, 2003). Bei der Bestimmung der Präzision unter Zwischenbedingungen werden gezielt Einflussfaktoren geändert, um mögliche Einflüsse auf die Präzision eines Messverfahrens festzustellen (siehe Kapitel 5.4).

Die Größe B setzt sich dann wie folgt zusammen (DIN ISO 5725-3, 2003):

$$B = B_0 + B_{(1)} + B_{(2)} + \dots \quad \text{Gleichung 29}$$

Während B_0 die unveränderte Wirkung der Einflussfaktoren ist, wird die zufällige Wirkung der Einflussfaktoren, welche geändert worden sind, durch $B_{(1)}$, $B_{(2)}$, ..., usw. erfasst. Der Index (1), (2), ... gibt an, welche Zustände geändert worden sind. Durch die Änderung der Einflussfaktoren wird die Zwischenstandardabweichung vergrößert, so dass diese größer wird als die Wiederholstandardabweichung (DIN ISO 5725-3, 2003).

Die Auswirkungen von Unterschieden der Messergebnisse zwischen Laboranten sollte durch eine klare Arbeitsanweisung sowie Schulung reduziert werden. Die einzelnen Auswirkungen beinhalten auch persönliche Gewohnheiten bei einem Messverfahren (DIN ISO 5725-3, 2003). Bei der Geräteausrüstung sind Auswirkungen, die aufgrund unterschiedlicher Aufstellung des Prüfgerätes entstehen, enthalten. Durch eine genaue Kalibrierung kann diese Auswirkung reduziert werden. Bezüglich des Zeitabstands wird die Auswirkung der Umgebung auf das Ergebnis berücksichtigt. Eine Verminderung ist durch einheitliche Umgebungsbedingungen möglich (DIN ISO 5725-3, 2003).

5.2.3 Zufällige Abweichung e

Bei jeder Messung treten neben den systematischen Abweichungen auch zufällige Abweichungen auf. Mit der Größe e werden alle zufälligen Abweichungen erfasst. Dabei wird die zufällige Abweichung jedes Messergebnisses berücksichtigt. In den in der ISO 5725 angegebenen Verfahren wird angenommen, dass diese Abweichungen näherungsweise normalverteilt sind (DIN ISO 5725-3, 2003). Die Größe e geht in Gleichung 27 als Varianz innerhalb eines Labors ein (siehe Kapitel 5.8, Gleichung 49).

5.2.4 Größe H

Das in der DIN ISO 5725-1 bzw. DIN ISO 5725-2 angeführte Verfahren beruht auf der Annahme, dass die Messungen an identischen Materialproben durchgeführt werden. Beim heterogenen Material kann dies jedoch schwierig werden. Würde das Verfahren nach DIN ISO 5725-1 verwendet werden, so würde dies zu einer höheren Vergleichsstandardabweichung führen. Das in Gleichung 28 beschriebene statistische Modell berücksichtigt die Heterogenität des Materials. Die zusätzliche Größe H beschreibt die Schwankung zwischen den Proben, die aufgrund der Heterogenität gegeben ist, zum Beispiel bei der Herstellung von Asphaltprobekörpern.

5.3 Versuchsdurchführung

Um zu garantieren, dass die Messungen in jedem Labor, das am Ringversuch teilnimmt, in gleicher Art und Weise durchgeführt werden, wird eine Arbeitsanweisung angefertigt. Wesentliche Arbeitsschritte werden darin festgehalten. Umgebungstemperaturen, Einbau von Probekörpern, sowie die eventuelle Vorbereitung von Prüfkörpern sollten ebenfalls Bestandteile dieses Dokuments sein.

Bei der Versuchsdurchführung wird für q Merkmalsniveaus der Proben, die an p Labors gesandt wurden, n Messungen unter Wiederholbedingungen für jedes Merk-

malsniveau durchgeführt. Unter Merkmalsniveau versteht man zum Beispiel bei dem Versuch „Dynamisches Scherrheometer“ den komplexen Schermodul G^* und den Phasenverschiebungswinkel δ bei einer bestimmten Temperatur. Sowohl der komplexe Schermodul als auch der Phasenverschiebungswinkel wären je ein Merkmalsniveau.

Die Ausführung einer Messung bei einem Ringversuch muss systematisch geplant werden. Folgende Punkte sind zu beachten (DIN ISO 5725-2, 2002):

- vorausgehendes Prüfen von Messgeräten, wie es im Messverfahren festgelegt ist;
- jede Gruppe von n Messungen, die ein Merkmalsniveau betrifft, muss unter Wiederholbedingungen ausgeführt werden;
- alle der n Messungen unter Wiederholbedingungen müssen unabhängig voneinander ausgeführt werden;
- nicht alle der q Gruppen von je n Messungen müssen unbedingt am selben Tag ausgeführt werden;
- Messungen aller q Merkmalsniveaus müssen vom selben Bearbeiter durchgeführt werden und die n Messungen eines Niveaus durchgehend mit dem selben Messgerät;
- Ergebnisse der Präzisionsversuche müssen auf eine Stelle genauer als im vereinheitlichten Messverfahren angegeben werden;

Nach der Versuchsdurchführung werden die Daten entsprechend Kapitel 5.5 ausgewertet. Die dabei ermittelte Wiederhol- und Vergleichvarianz sind Extremwerte für die Präzision eines Versuches. Ist es erforderlich eine Präzision unter Zwischenbedingungen zu ermitteln, wird der Ringversuch gemäß Kapitel 5.4 durchgeführt.

5.4 Ringversuche unter Zwischenbedingungen

Bei einer Schätzung der Präzision unter Zwischenbedingungen, werden für die Versuchsreihe Zwischenbedingungen festgelegt. Grundsätzlich ist es möglich, alle Faktoren zu ändern (siehe Kapitel 5). Es sollten aber nicht mehr Faktoren als notwendig geändert werden. Die Zwischenbedingungen werden je nach betrieblicher Vorgehensweise geändert. Die Präzision unter Zwischenbedingungen kann innerhalb eines Labors oder mit Hilfe von Ringversuchen unter Zwischenbedingungen bestimmt werden. Eine Schätzung der Zwischenstandardabweichung innerhalb eines Labors kann mit einem einfachen oder mit einem alternativen Verfahren bestimmt werden (siehe Kapitel 5.4.1 und 5.4.2). Bei einem Präzisionsversuch unter Zwischenbedingungen wird ein Einflussfaktor oder werden mehrere Einflussfaktoren (Zeitabstand, Kalibrierung, Laborant, Geräteausrüstung) verändert. Sie werden als „Präzisionsbedingungen mit M veränderten Faktoren“ bezeichnet. M gibt die Anzahl der veränderten Einflussfaktoren an (z.B. $M = 2$: zwei der vier Einflussfaktoren sind unterschiedlich) (DIN ISO 5725-3, 2003). Innerhalb eines Labors kann das Präzisionsmaß für Zwischenbedingungen wie in Kapitel 5.4.1 und 5.4.2 beschreiben ermittelt werden (DIN ISO 5725-3, 2003).

5.4.1 Einfaches Verfahren

Bei der Bestimmung der Zwischenstandardabweichung wird bei diesem Verfahren eine einzige Probe bzw. bei zerstörenden Prüfverfahren ein Satz von Probekörpern verwendet. Bei jeder Messung wird eine Änderung eines Einflussfaktors vorgenommen. Die Anzahl der Messungen sollte mindestens 15 betragen. Für den Schätzwert der Zwi-

schenstandardabweichung mit M veränderten Einflussfaktoren gilt (DIN ISO 5725-3, 2003):

$$s_{l(\)} = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{k=1}^n (y_k - \bar{y})^2} \quad \text{Gleichung 30}$$

Legende zu Gleichung 30:

- n Anzahl der Messungen
- $s_{l(\)}$ Zwischenstandardabweichung, wobei in der Klammer der Typ der Zwischenbedingung gekennzeichnet ist;
- y_k Messwerte der Messwertreihe
- \bar{y} arithmetischer Mittelwert der Messungen

5.4.2 Alternatives Verfahren

Beim alternativen Verfahren werden t Gruppen von Messungen durchgeführt, wobei nach jeder Gruppe die Einflussfaktoren geändert werden (z.B. die Wiederholmessungen in der zweiten Gruppe werden von einer anderen Person durchgeführt). In jeder Gruppe werden n Wiederholmessungen durchgeführt. Die Wiederholmessungen jeder Gruppe müssen an identischen Proben bzw. einem Satz von Proben bei zerstörenden Prüfungen erfolgen. Der Wert von $t \cdot (n-1)$ soll mindestens 15 betragen. Für den Schätzwert der Zwischenstandardabweichung mit M veränderten Einflussfaktoren gilt (DIN ISO 5725-3, 2003):

$$s_{l(\)} = \sqrt{\frac{1}{t \cdot (n-1)} \sum_{j=1}^t \sum_{k=1}^n (y_{jk} - \bar{y}_j)^2} \quad \text{Gleichung 31}$$

Legende zu Gleichung 31:

- n Anzahl der Messungen
- $s_{l(\)}$ Zwischenstandardabweichung, wobei in der Klammer der Typ der Zwischenbedingung gekennzeichnet ist;
- t Anzahl der Gruppen
- y_{jk} Messwerte der Gruppe t
- \bar{y}_j arithmetischer Mittelwert der Messungen der jeweiligen Gruppe t

Eine weitere Möglichkeit, der Schätzung des Präzisionsmaßes unter Zwischenbedingungen ist die Durchführung von höher entwickelten Versuchen. Diese Versuche können vollständige geschachtelte oder abgestufte geschachtelte Versuche sein (DIN ISO 5725-3, 2003). Eine genauere Beschreibung und Auswertung von Ringversuchen unter Zwischenbedingungen werden in der DIN ISO 5725-3 dargestellt.

5.5 Auswertung von Ringversuchen

Nach Durchführung der Messungen erfolgt eine Auswertung der Daten. Diese umfasst folgende Abschnitte (DIN ISO 5725-2, 2002):

- kritisches Prüfen der Daten mit dem Ziel Ausreißer zu erkennen;
- vorläufige Berechnung für Präzision und Mittelwerte;
- Feststellen der Schlusswerte für Präzision und Mittelwert, inklusive einer Beziehung zwischen Präzision und dem Gesamtmittelwert m ;

Bei einer Auswertung eines Ringversuchs werden für jedes Merkmalsniveau folgende Werte errechnet:

- die Wiederholvarianz s_r^2
- die Varianz zwischen den Labors s_L^2
- die Vergleichvarianz $s_R^2 = s_r^2 + s_L^2$
- der arithmetische Mittelwert m

Die von den einzelnen Laboratorien erhaltenen Daten aus den Messungen werden tabellarisch zusammengestellt. Dabei wird die Kombination eines Labors und eines Merkmalsniveaus „Zelle“ genannt (siehe Tabelle 2). Die Zelle beinhaltet n Ergebnisse aus den Wiederholmessungen.

Tabelle 2: Zusammenstellung der Ursprungsdaten (DIN ISO 5725-2, 2002)

Labor	Merkmalsniveau					
	1	...	j	...	q-1	q
1						
..						
i			y_{ijk}			
..						
p						

Es sind p Labors mit dem Index i vorhanden, und es gibt q Merkmalsniveaus mit dem Index j . Im Idealfall ergibt dies $p \times q \times n$ Ergebnisse. Dieser Idealfall wird aufgrund von falschen Daten und Ausreißern nicht immer erreicht. Als nächster Schritt wird für die einzelnen Zellen der arithmetische Mittelwert \bar{y}_{ij} (Gleichung 32) und die Standardabweichung s_{ij} (Gleichung 33) berechnet.

Für den arithmetischen Mittelwert \bar{y}_{ij} einer Zelle gilt:

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

Gleichung 32

Für die Standardabweichung s_{ij} innerhalb einer Zelle gilt:

$$s_{ij} = \sqrt{\frac{1}{n_{ij} - 1} \sum_{k=1}^{n_{ij}} (y_{ijk} - \bar{y}_{ij})^2} \quad \text{Gleichung 33}$$

Legende für Gleichung 32 und Gleichung 33:

- n_{ij} Anzahl der Wiederholmessungen je Zelle
- s_{ij} Standardabweichung je Zelle
- y_{ijk} Messergebnisse je Zelle
- \bar{y}_{ij} arithmetischer Mittelwert einer Zelle

Bevor die Wiederholvarianz s_r^2 und die Vergleichsvarianz s_R^2 berechnet werden, werden die einzelnen Daten geprüft. Bei jeder Messung treten Ergebnisse auf, die stark von den anderen Werten abweichen. Um festzustellen, welche Daten noch verwendet werden können, soll eine Prüfung des Ergebnisses bezüglich Ausreißer und Vereinbarkeit erfolgen (siehe Kapitel 5.6 und 5.7). In der DIN ISO 5725-2 sind zur Prüfung von Daten folgende Ansätze bereitgestellt (DIN ISO 5725-2, 2002):

- Grafische Vereinbarkeitsprüfung
- Numerische Ausreißertests

Die grafische Vereinbarkeitsprüfung ist für die Beurteilung der einzelnen Laboratorien bzw. für die Variabilität des Messverfahrens hilfreich (siehe Kapitel 5.6). Numerische Ausreißertests erleichtern es, Ausreißer nach gewissen Kriterien zu behandeln (siehe Kapitel 5.7).

5.6 Grafische Vereinbarkeitsprüfung

Für die grafische Vereinbarkeitsprüfung werden zwei Verfahren angewandt, die „Mandel h-Statistik“ und die „Mandel k-Statistik“. Die „Mandel h-Statistik“ wird für den Vergleich des gemessenen Wertes mit dem Gesamtmittelwert herangezogen. Bei der „Mandel k-Statistik“ werden die Streuungen der Wiederholmessungen mit den Streuungen der anderen Laboratorien verglichen.

- **Mandel h-Statistik**

Dabei wird die Vereinbarkeits-Prüfgröße h zwischen den Laboratorien ermittelt (DIN ISO 5725-2, 2002):

$$h_{ij} = \frac{\bar{y}_{ij} - \bar{y}_j}{\sqrt{\frac{1}{p_j - 1} \sum_{i=1}^{p_j} (\bar{y}_{ij} - \bar{y}_j)^2}} \quad \text{Gleichung 34}$$

Legende für Gleichung 34:

- h_{ij} Vereinbarkeitsprüfgröße h nach Mandel einer Zelle
- p_j Anzahl der Laboratorien je Merkmalsniveau
- \bar{y}_{ij} arithmetischer Mittelwert einer Zelle
- \bar{y}_j Gesamtmittelwert des Merkmalsniveaus j

Der Wert aus Gleichung 34 wird getrennt für jedes Labor und für jedes Merkmalsniveau berechnet. Die einzelnen Daten werden in einem Säulendiagramm aufgetragen. Mit Hilfe dieser grafischen Darstellung lassen sich eventuelle Muster erkennen. Die h -Werte können sowohl negativ als auch positiv sein. Hat ein Labor nur negative h -Werte und andere Laboratorien positive h -Werte, dann sollte die Ursache für die negativen h -Werte gesucht werden. Negative Werte können erreicht werden, wenn der Mittelwert einer Zelle geringer ist als der Gesamtmittelwert des entsprechenden Merkmalsniveaus. Um Anhaltspunkte bei der Prüfung dieser Daten auf Muster zu haben, ist es notwendig, Indikatorlinien in das Diagramm einzuzeichnen. Die Werte für die Indikatorlinien sind im Anhang A aufgelistet (siehe Tabelle A-3 und Tabelle A-4).

- **Mandel k-Statistik**

Dabei wird die Vereinbarkeits-Prüfgröße k innerhalb eines Labors ermittelt (DIN ISO 5725-2, 2002):

$$k_{ij} = \frac{s_{ij} \sqrt{p_j}}{\sqrt{\sum s_{ij}^2}} \quad \text{Gleichung 35}$$

Legende für Gleichung 35:

- k_{ij} Vereinbarkeitsprüfgröße k nach Mandel einer Zelle
- p_j Anzahl der Laboratorien je Merkmalsniveau
- s_j Standardabweichung je Zelle

Der Wert k aus Gleichung 35 wird getrennt für jedes Labor und getrennt für jedes Merkmalsniveau berechnet. Die einzelnen Daten werden in einem Säulendiagramm aufgetragen. Mit Hilfe dieser grafischen Darstellung lassen sich eventuelle Muster erkennen. Es ist möglich Laboratorien zu erkennen, die eine hohe Streuung zwischen den Wiederholmessungen aufweisen. Für eine Erleichterung der Prüfung und um entsprechende Anhaltspunkte für die Überprüfung zu haben, sind im Anhang A die Werte für Indikatorlinien aufgelistet (siehe Tabelle A-3 und Tabelle A-4).

Die Indikatorlinien für den h - und den k -Wert dienen als Grenzwerte und hängen von der Anzahl der Laboratorien und der Anzahl der Wiederholmessungen innerhalb einer Zelle ab (Auswertung einer graphischen Vereinbarkeitsprüfung siehe Kapitel 8).

Als nächster Schritt erfolgt eine genauere Prüfung der gemessenen Daten mit Hilfe von numerischen Ausreißertests (siehe Kapitel 5.7).

5.7 Numerische Methode der Ausreißerprüfung

Für die numerische Ausreißerprüfung werden in der DIN ISO 5725-2 zwei Verfahren genannt, um die vorhandenen Ergebnisse auf Ausreißer bzw. auf Fastausreißer zu prüfen. Bei diesen beiden Verfahren handelt es sich um den Cochran-Test (siehe Kapitel 5.7.1) und den Grubbs-Test (siehe Kapitel 5.7.2).

Ein Ausreißer bzw. ein Fastausreißer kann durch folgende Kriterien erkannt werden (DIN ISO 5725-3, 2003):

- sofern die Prüfgröße kleiner oder höchstens gleich der Grenze des kritischen Bereichs für ein Signifikanzniveau von 5 % ist, wird die Einheit als korrekt angenommen;
- sofern die Prüfgröße größer als die Grenze des kritischen Bereichs für ein Signifikanzniveau von 5 % ist, aber kleiner gleich der Grenze des kritischen Niveaus von 1 %, wird die Einheit als „Fastausreißer“ bezeichnet und mit einem Stern gekennzeichnet;
- sofern die Prüfgröße größer als die Grenze des kritischen Bereichs des Signifikanzniveaus von 1 % ist, wird die Einheit als „statistischer Ausreißer“ bezeichnet und mit einem Doppelstern gekennzeichnet;

Prüfgrößen sind jene Werte, die mit Hilfe der Gleichung 36 für den Cochran-Test bzw. für den Grubbs-Test (Gleichung 37, Gleichung 40, Gleichung 41, Gleichung 45) berechnet werden. Werden nun Ausreißer bzw. Fastausreißer durch den Cochran- oder Grubbs-Test festgestellt, ist zu untersuchen, ob sie durch ein technisches Versehen verursacht wurden. Dazu zählen:

- Nicht ordnungsgemäße Ausführung der Messung
- Rechenfehler
- Schreibfehler

Bei Rechen- und Schreibfehlern werden die Daten durch entsprechende korrigierte Daten ersetzt. Der Ausreißertest ist danach zu wiederholen (DIN ISO 5725-2, 2002). Lässt sich ein Wert durch keinen technischen Fehler erklären, so ist dieser Wert als echter Ausreißer zu bewerten und wird für die weitere Berechnung ausgesondert. Fastausreißer werden beibehalten.

5.7.1 Cochran-Test

Beim Cochran-Test wird die Streuung von Messergebnissen innerhalb eines Labors bewertet. Die ISO 5725 Teil 2 geht von der Annahme aus, dass zwischen den Labors die Streuungen der Standardabweichungen nur gering sind. Da das nicht immer der Fall ist, wird der Cochran-Test angewendet (DIN ISO 5725-2, 2002). Die Prüfgröße C nach Cochran ergibt sich aus:

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

Gleichung 36

Legende für Gleichung 36:

C Prüfgröße nach Cochran

p Anzahl der Laboratorien je Merkmalsniveau

s_i Standardabweichung der einzelnen Zellen je Merkmalsniveau

s_{\max} maximale Standardabweichung der einzelnen Zellen je Merkmalsniveau

s_i ist die Standardabweichung einer Reihe von p Laboratorien. s_i wird aus den n Ermittlungsergebnissen eines Laboratoriums errechnet. Die Anzahl n muss für jedes Laboratorium gleich sein (DIN ISO 5725-2, 2002). Die Grenzen, mit welchen die Prüfgröße C aus Gleichung 36 verglichen wird, sind im Anhang (siehe Tabelle A-1) angegeben. Entspricht die Prüfgröße den Kriterien gemäß Punkt 5.7, sind alle gemessenen Werte für die weitere Berechnung zulässig. Die Prüfgröße ist für jedes Merkmalsniveau getrennt zu berechnen.

Der Cochran-Test ist ein einseitiger Ausreißertest, weil nur die größte Standardabweichung einer Reihe betrachtet wird. Sollte dieser Wert als „Ausreißer“ erkannt werden, so ist er zu streichen, und mit den verbliebenen Werten ist der Test nochmals durchzuführen. Dies sollte jedoch mit großer Sorgfalt erfolgen, da eventuell die Annahme der Normalverteilung der Ergebnisse nicht mehr zutreffend ist.

5.7.2 Grubbs-Test

Eine weitere Möglichkeit zur Feststellung von Ausreißern ist der Grubbs-Test. Bei diesem Test wird überprüft, ob der größte bzw. der kleinste Wert einer Messreihe ein Ausreißer bzw. Fastausreißer ist. Dabei werden die einzelnen Werte der Größe nach sortiert, beginnend mit dem kleinsten Wert. Bei diesem Test ist es möglich, den kleinsten bzw. den größten Wert dieser Reihe zu überprüfen. Es ist jedoch auch möglich, die beiden kleinsten bzw. die beiden größten Werte zu überprüfen.

- **Einzelner Ausreißer:**

Die Daten x_i , für $i = 1, 2, \dots, p$, werden in einer Reihe aufsteigend geordnet, um zu ermitteln, ob der größte Wert ein Ausreißer ist. Dabei wird die Prüfgröße G_p ermittelt (DIN ISO 5725-2, 2002):

$$G_p = \frac{(x_p - \bar{x})}{s} \quad \text{Gleichung 37}$$

$$\bar{x} = \frac{1}{p} \sum_{i=1}^p x_i \quad \text{Gleichung 38}$$

$$s = \sqrt{\frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^p (x_i - \bar{x})^2} \quad \text{Gleichung 39}$$

Zur Überprüfung des kleinsten Wertes x_1 gilt:

$$G_1 = \frac{(\bar{x} - x_1)}{s} \quad \text{Gleichung 40}$$

Legende für Gleichung 37 bis Gleichung 40

- G_p Prüfgröße nach Grubbs für den größten arithmetischen Mittelwert einer Zelle je Merkmalsniveau
- G_1 Prüfgröße nach Grubbs für den kleinsten arithmetischen Mittelwert einer Zelle je Merkmalsniveau
- p Anzahl der Laboratorien je Merkmalsniveau
- s Standardabweichung der Mittelwerte je Merkmalsniveau
- x_i Arithmetischer Mittelwert einer Zelle je Merkmalsniveau
- x_p maximaler arithmetischer Mittelwert einer Zelle je Merkmalsniveau
- x_1 kleinster arithmetischer Mittelwert einer Zelle je Merkmalsniveau
- \bar{x} arithmetischer Gesamtmittelwert über alle Mittelwerte je Merkmalsniveau

Die Prüfgröße G_p aus Gleichung 37 und die Prüfgröße G_1 aus Gleichung 40 werden mit den kritischen Werten für die Grenzen des Signifikanzniveaus von 1 % und von 5 % verglichen (Kritische Werte siehe Anhang Tabelle A-2). Sind die errechneten Prüfgrößen größer als die kritischen Tabellenwerte, handelt es sich bei den größten bzw. bei dem kleinsten Wert dieser Prüfreihe um Fastausreißer (bei einer Prüfgröße kleiner als der Grenzwert des Signifikanzniveaus von 1 %, aber größer als der Grenzwert des Signifikanzniveaus von 5 %) bzw. einem Ausreißer (bei einer Prüfgröße größer als der Grenzwert des Signifikanzniveaus von 1 %).

- **Für zwei Ausreißer gilt:**

$$G = \frac{s_{p-1,p}^2}{s_0^2} \quad \text{Gleichung 41}$$

$$\text{mit } s_0^2 = \sum_{i=1}^p (x_i - \bar{x})^2 \quad \text{Gleichung 42}$$

$$\text{und } s_{p-1,p}^2 = \sum_{i=1}^{p-2} (x_i - \bar{x}_{p-1,p})^2 \quad \text{Gleichung 43}$$

$$\text{und } \bar{x}_{p-1,p} = \frac{1}{p-2} \sum_{i=1}^{p-2} x_i \quad \text{Gleichung 44}$$

Für die zwei kleinsten Ausreißer folgt:

$$G_2 = \frac{s_{1,2}^2}{s_0^2} \quad \text{Gleichung 45}$$

$$\text{mit } s_{1,2}^2 = \sum_{i=3}^p (x_i - \bar{x}_{1,2})^2 \quad \text{Gleichung 46}$$

$$\text{und } \bar{x}_{1,2} = \frac{1}{p-2} \sum_{i=3}^p x_i \quad \text{Gleichung 47}$$

Legende für Gleichung 41 bis Gleichung 47

G	Prüfgröße nach Grubbs für die beiden größten arithmetischen Mittelwerte je Merkmalsniveau
G_2	Prüfgröße nach Grubbs für die beiden kleinsten arithmetischen Mittelwerte je Merkmalsniveau
p	Anzahl der Laboratorien je Merkmalsniveau
s_0^2	Varianz über die arithmetischen Mittelwerte je Merkmalsniveau
$s_{p-1,p}^2$	Varianz der arithmetischen Mittelwerte ohne Berücksichtigung der beiden größten Mittelwerte je Merkmalsniveau
$s_{1,2}^2$	Varianz über die arithmetischen Mittelwerte ohne Berücksichtigung der beiden kleinsten Mittelwerte je Merkmalsniveau
x_i	Arithmetischer Mittelwert einer Zelle je Merkmalsniveau
\bar{x}	arithmetischer Gesamtmittelwert über alle Mittelwerte je Merkmalsniveau
$\bar{x}_{p-1,p}$	Mittelwert über die Mittelwerte je Merkmalsniveau ohne die beiden größten Mittelwerte
$\bar{x}_{1,2}$	arithmetischer Mittelwert über die Mittelwerte je Merkmalsniveau ohne die beiden kleinsten Mittelwerte

Die in Gleichung 41 bzw. in Gleichung 45 errechnete Prüfgröße wird mit den kritischen Werten für die Grenzen des Signifikanzniveaus von 1 % und von 5 % verglichen (Kritische Werte siehe Anhang Tabelle A-2). Sind die errechneten Prüfgrößen kleiner als die kritischen Tabellenwerte, handelt es sich bei den beiden größten bzw. bei den beiden kleinsten Wert dieser Prüfreihe um einen Fastausreißer bzw. einen Ausreißer.

Wenn ein Präzisionsversuch ausgewertet wird, kann der Grubbs-Test wie folgt angewendet werden (DIN ISO 5725-2, 2002):

- auf das arithmetische Mittel einer Zelle, wobei $x_i = \bar{y}_{ij}$ und $p = p_j$ gilt;
- auf ein Einzelergebnis, für welches der Cochran-Test gezeigt hat, dass die Standardabweichung zweifelhaft ist;

Wurden die entsprechenden Ausreißertests durchgeführt und sind alle Ausreißer ausgeschlossen, erfolgt die Ermittlung der Wiederholvarianz, der Varianz zwischen den Labors, der Vergleichvarianz und dem arithmetischen Mittelwert (siehe Kapitel 5.8).

5.8 Ermittlung des Gesamtmittelwertes und der Varianzen

Nach entsprechender Bereinigung der Ergebnisse werden für jedes Merkmalsniveau j folgende Werte berechnet (DIN ISO 5725-2, 2002):

Für den Gesamtmittelwert m gilt:

$$\hat{m}_j = \bar{y}_j = \frac{\sum_{i=1}^p n_{ij} \bar{y}_{ij}}{\sum_{i=1}^p n_{ij}} \quad \text{Gleichung 48}$$

Für die Wiederholvarianz s_{rj}^2 gilt:

$$s_{rj}^2 = \frac{\sum_{i=1}^p (n_{ij} - 1) \cdot s_{ij}^2}{\sum_{i=1}^p (n_{ij} - 1)} \quad \text{Gleichung 49}$$

Für die Varianz zwischen den Labors s_{Lj}^2 gilt:

$$s_{Lj}^2 = \frac{s_{dj}^2 - s_{rj}^2}{n_j} \quad \text{Gleichung 50}$$

Dabei ist:

$$s_{dj}^2 = \frac{1}{p-1} \left[\sum_{i=1}^p n_{ij} (\bar{y}_{ij})^2 - (\bar{y}_j)^2 \cdot \sum_{i=1}^p n_{ij} \right] \quad \text{Gleichung 51}$$

und

$$\bar{n}_j = \frac{1}{p-1} \left[\sum_{i=1}^p n_{ij} - \frac{\sum_{i=1}^p n_{ij}^2}{\sum_{i=1}^p n_{ij}} \right] \quad \text{Gleichung 52}$$

Für die Vergleichsvarianz s_{Rj}^2 gilt:

$$s_{Rj}^2 = s_{rj}^2 + s_{Lj}^2$$

Gleichung 53

Legende für Gleichung 48 bis Gleichung 53

\hat{m}_j	Gesamtmittelwert eines Merkmalsniveaus
n_{ij}	Anzahl der Ermittlungsergebnisse je Labor und Merkmalsniveau
\bar{n}_{ij}	Mittelwert über die Anzahl der Ermittlungsergebnisse
p	Anzahl der Laboratorien je Merkmalsniveau
s_{dj}^2	Varianz
s_{ij}^2	Varianz innerhalb einer Zelle eines Merkmalsniveaus
s_{rj}^2	Wiederholvarianz eines Merkmalsniveaus
s_{Rj}^2	Vergleichsvarianz eines Merkmalsniveaus
\bar{y}_{ij}	arithmetischer Mittelwert je Labor und Merkmalsniveau

Die in Gleichung 53 ermittelte Vergleichsvarianz s_{Rj}^2 kann zur Schätzung der Messunsicherheit herangezogen werden (siehe Kapitel 5.10). Sind die einzelnen Varianzen errechnet, sollte am Schluss der Auswertung noch festgestellt werden, ob zwischen dem Gesamtmittelwert \hat{m} und den Präzisionsmaßen (Vergleichstandardabweichung und Wiederholstandardabweichung) eine funktionale Beziehung besteht (siehe Kapitel 5.9).

5.9 Prüfen auf eine funktionalen Beziehung der Präzisionswerte mit dem arithmetischen Gesamtmittelwert

Ob eine Beziehung zwischen einem Präzisionswert und dem arithmetischen Gesamtmittelwert besteht, sollte im Vorhinein abgeklärt werden. Ist dies nicht der Fall, so kann dieser Punkt entfallen und mit der Dokumentation des Ergebnisses fortgefahren werden. Wenn ein Messverfahren nur auf einem Merkmalsniveau durchgeführt wird, wird mit der Auswertung fortgefahren. Inhomogenes Material kann eine große Schwankung der Ermittlungsergebnisse hervorrufen. In diesem Fall wird nicht immer ein Zusammenhang zwischen der Präzision eines Verfahrens (s_r und s_R) und dem ermittelten Gesamtmittelwert (\hat{m}) bestehen.

Mit Hilfe einer graphischen Darstellung von s_j (Schätzwert einer Standardabweichung eines Merkmalsniveaus) gegen \hat{m}_j oder $\log(s_j)$ gegen $\log(\hat{m}_j)$ wird ein Zusammenhang zwischen den beiden Größen beurteilt. Wird bei dieser graphischen Darstellung festgestellt, dass die einzelnen Punkte ziemlich nahe an einer Geraden liegen, so kann eine rechnerische Anpassung entfallen. In der ISO 5725-2 sind folgende Arten von Zusammenhängen beschrieben (DIN ISO 5725-2, 2002):

- Gerade durch den Nullpunkt $s = b \cdot m$
- Gerade mit positiven Achsenabschnitt $s = a + b \cdot m$
- Logarithmischer Zusammenhang $\lg(s) = c + d \cdot \lg(m)$

Die numerischen Anpassungsmethoden für die einzelnen Zusammenhänge werden in den nächsten Kapiteln beschrieben (siehe Kapitel 5.9.1, 5.9.2 und 5.9.3). Die Anpassung kann sowohl für die Vergleichstandardabweichung s_R als auch für die Wieder-

holstandardabweichung s_j erfolgen. Zur Vereinfachung wurde in den nächsten Kapiteln einfach die Bezeichnung Standardabweichung s gewählt.

Legende:

\hat{m}_j Gesamtmittelwert eines Merkmalsniveaus

s_j Schätzwert der Standardabweichung eines Merkmalsniveaus

5.9.1 Gerade durch den Nullpunkt

Die Gleichung für eine Gerade durch den Nullpunkt lautet (DIN ISO 5725-2, 2002):

$$s = b \cdot m \quad \text{Gleichung 54}$$

s und m sind Schätzwerte. Dadurch ist es statistisch gesehen problematisch, diese Beziehung mit einer Geraden anzupassen, da in den beiden Größen zufällige Abweichungen enthalten sind. Der Neigungsfaktor b ist üblicherweise klein, daher haben zufällige Abweichungen von m einen geringeren Einfluss, während die zufälligen Abweichungen bei der Schätzung von s dominierend sind. Die zufälligen Abweichungen von m können vernachlässigt werden, die Abweichungen von s haben jedoch einen Einfluss auf die Parameter der Regressionslinie und werden mit einem Gewichtungsfaktor $W_j = 1/\hat{s}_j^2$ (\hat{s}_j^2 : vorhergesagte Varianz eines Merkmalsniveaus) berücksichtigt (DIN ISO 5725-2, 2002). Es gilt für den Faktor b (DIN ISO 5725-2, 2002):

$$b = \frac{\sum \left(\frac{s_j}{\hat{m}_j} \right)}{q} \quad \text{Gleichung 55}$$

Legende:

\hat{m}_j Gesamtmittelwert eines Merkmalsniveaus

s_j Schätzwert einer Standardabweichung eines Merkmalsniveaus

q Anzahl der in einem Ringversuch untersuchten Merkmalsniveaus

5.9.2 Gerade mit positivem Achsenabschnitt

Die Gleichung für eine Gerade mit einem positiven Achsenabschnitt lautet (DIN ISO 5725-2, 2002)

$$s = a + b \cdot m \quad \text{Gleichung 56}$$

Wie oben (siehe Kapitel 5.9.1) bereits erwähnt, wird auch in diesem Fall eine gewichtete Regression durchgeführt. Die beiden Werte a und b werden wie folgt berechnet (DIN ISO 5725-2, 2002):

$$a = \frac{T_3 T_4 - T_2 T_5}{T_1 T_3 - T_2^2} \quad \text{Gleichung 57}$$

$$b = \frac{T_1 T_5 - T_2 T_4}{T_1 T_3 - T_2^2} \quad \text{Gleichung 58}$$

Wobei:

$$T_1 = \sum_j W_j \quad \text{Gleichung 59}$$

$$T_2 = \sum_j W_j \hat{m}_j \quad \text{Gleichung 60}$$

$$T_3 = \sum_j W_j \hat{m}_j^2 \quad \text{Gleichung 61}$$

$$T_4 = \sum_j W_j s_j \quad \text{Gleichung 62}$$

$$T_5 = \sum_j W_j \hat{m}_j s_j \quad \text{Gleichung 63}$$

Für den Gewichtungsfaktor W_j gilt:

$$W_j = \frac{1}{(\hat{s}_{Nj})^2} \quad \text{Gleichung 64}$$

Der Index N ($N = 0, 1, 2, \dots$) in Gleichung 64 bedeutet, dass für die Berechnung der Werte a und b eine Iteration durchgeführt wird. Im ersten Schritt wird für \hat{s}_{Nj}^2 der errechnete Schätzwert für s (entweder s_r oder s_p) in Gleichung 64 eingesetzt und die entsprechenden Werte a und b gemäß Gleichung 57 und Gleichung 58 berechnet. Im nächsten Schritt wird in Gleichung 64 jenes s eingesetzt, welches mit Hilfe der beiden Werte a und b und dem Gesamtmittelwert m gemäß Gleichung 56 berechnet wurde. Weisen der Originalwert von s und jenes s , welches im ersten Iterationsschritt berechnet wurde, eine geringe Differenz auf, wird keine weitere Iteration durchgeführt.

5.9.3 Logarithmischer Zusammenhang

Die Gleichung für die logarithmische Darstellung des Zusammenhanges zwischen Präzisionswerten und dem arithmetischen Gesamtmittelwert lautet (DIN ISO 5725-2, 2002):

$$\lg(s) = c + d \cdot \lg(m) \quad \text{Gleichung 65}$$

Die Standardabweichung der Zufallsabweichung des $\lg(s_j)$ ist unabhängig von s , daher wird eine ungewichtete Regression zwischen den beiden Schätzwerten angewandt (DIN ISO 5725-2, 2002).

c und d sind Konstanten, die wie folgt berechnet werden:

$$c = \frac{T_2 T_3 - T_1 T_4}{q T_2 - T_1^2} \quad \text{Gleichung 66}$$

$$d = \frac{q T_4 - T_1 T_3}{q T_2 - T_1^2} \quad \text{Gleichung 67}$$

Wobei:

$$T_1 = \sum_j \hat{\lg m}_j \quad \text{Gleichung 68}$$

$$T_2 = \sum_j \left(\hat{\lg m}_j \right)^2 \quad \text{Gleichung 69}$$

$$T_3 = \sum_j \lg s_j \quad \text{Gleichung 70}$$

$$T_4 = \sum_j \left(\hat{\lg m}_j \right) \cdot \left(\lg s_j \right) \quad \text{Gleichung 71}$$

Nach Auswertung aller Daten erfolgt die entsprechende Dokumentation. Zur Berechnung der Messunsicherheit eines Messverfahrens kann die Vergleichvarianz verwendet werden (siehe Kapitel 5.10).

5.10 Messunsicherheit

Die Vergleichstandardabweichung eines Messverfahrens charakterisiert die Unsicherheit von Messungen und kann zur Schätzung der Messunsicherheit u herangezogen werden (Eurolab Deutschland, 2006).

$$s_R \sim u \quad \text{Gleichung 72}$$

Um die Vergleichsstandardabweichung eines Ringversuchs für die Angabe der Messunsicherheit zu verwenden, muss das Labor folgende Punkte beachten (Eurolab Deutschland, 2006):

- Sicherstellen, dass normkonform gearbeitet wurde;
- die Messbedingungen müssen mit jenen des Ringversuchs übereinstimmen;
- das Messobjekt muss mit dem des Ringversuchs übereinstimmen;
- die Richtigkeit und die Präzision des Messverfahrens sollen mit den Ringversuchsdaten verträglich sein;

Für die Überprüfung des letzten Punktes müssen an einem geeigneten Referenzobjekt mehrere Messungen durchgeführt und folgendes überprüft werden (Eurolab Deutschland, 2006):

$$s_{\text{lab}} \approx s_r \quad \text{Gleichung 73}$$

$$\left| \bar{x}_{\text{lab}} - x_{\text{ref}} \right| \leq 2 \sqrt{\frac{s_r^2}{n_{\text{lab}}} + (s_R^2 - s_r^2)} \quad \text{Gleichung 74}$$

Legende für Gleichung 73 und Gleichung 74:

n_{lab} Anzahl der Ermittlungsergebnisse eines Labors

s_{lab} Wiederholstandardabweichung des Labors

x_{ref} Referenzwert des Materials

\bar{x}_{lab} arithmetischer Mittelwert der Ermittlungsergebnisse eines Labors

Sind die Bedingungen in Gleichung 73 und Gleichung 74 erfüllt, so ist die Verträglichkeit mit den Ringversuchsdaten gegeben. Die Vergleichsstandardabweichung s_r kann als Messunsicherheit u verwendet und mit den ermittelten Ergebnissen des Prüfverfahrens angegeben werden.

Die mit Hilfe eines Ringversuchs ermittelten Wiederholstandardabweichungen und Vergleichsstandardabweichungen können in der Praxis für unterschiedliche Situationen eingesetzt werden (siehe Kapitel 5.11).

5.11 Qualitätslenkung von Prüfverfahren

Durch die entsprechenden Daten eines Ringversuchs ist es möglich, die Arbeitsläufe in einem Labor zu überwachen und dadurch eine Verbesserung der Arbeitsabläufe zu erzielen. Mit ihrer Hilfe kann die Annehmbarkeit von Ermittlungsergebnissen (siehe Kapitel 5.11.2) und die Stabilität eines Prüfverfahrens (siehe Kapitel 5.11.3) überprüft werden. Außerdem kann beurteilt werden, ob ein Laboratorium ein vorgeschriebenes Messverfahren in zufriedenstellender Art und Weise anwendet (siehe Kapitel 5.11.4).

Das Maß für die Präzision eines Messverfahrens ist die Standardabweichung der unter Wiederholbedingungen bzw. Vergleichbedingungen gewonnenen Messwerte (siehe Kapitel 5). Nicht jeder für ein Messverfahren durchgeführter Ringversuch führt zu den gleichen Ergebnissen für das Maß der Präzision bzw. der Richtigkeit. Die in einem Ringversuch ermittelten Ergebnisse sind Zufallsergebnisse (siehe Kapitel 5.5). Die ermittelten Werte für die Präzision bzw. die Richtigkeit eines Messverfahrens sind Schätzwerte (DIN ISO 5725-6, 2002). Die wahren Standardabweichungen σ_r und σ_R bleiben unbekannt. In der statistischen Praxis sollte anstatt der Bezeichnung σ die Be-

zeichnung s für die Schätzwerte verwendet werden. Werden die in der ISO 5725-1 und ISO 5725-2 angegebenen Verfahren eingehalten, so beruhen die ermittelten Schätzwerte für Präzision und Richtigkeit auf einer großen Anzahl von Ermittlungsergebnissen und geben die beste Information für die wahren Werte der Standardabweichungen. Schätzwerte, die auf einer geringeren Anzahl von Werten beruhen, sollten mit dem Formelzeichen s versehen werden.

5.11.1 Ermittlung von Grenzen

Die in Kapitel 5.8 ermittelten Varianzen sind Schätzwerte zur Berechnung der Standardabweichungen unter Wiederholbedingungen und Vergleichbedingungen. In der Laborpraxis werden eher Differenzen zwischen zwei oder mehreren Ermittlungsergebnissen geprüft. Für diesen Zweck eignet sich eine kritische Differenz besser als eine Standardabweichung (DIN ISO 5725-6, 2002).

Für die Berechnung der Grenzen werden die jeweiligen Standardabweichungen (σ_r für die Wiederholgrenze (r) bzw. σ_R für die Vergleichgrenze (R)) herangezogen, wenn eine Größe auf der Summe oder der Differenz von n unabhängigen Schätzwerten beruht, wobei jeder Schätzwert eine Standardabweichung σ hat, dann hat die resultierende Größe eine Standardabweichung von $\sigma \cdot \sqrt{n}$. Für die Differenz zweier Ermittlungsergebnisse haben die Vergleichgrenze R bzw. die Wiederholgrenze r eine Standardabweichung von $\sigma \cdot \sqrt{2}$. Für die Prüfung der Differenz dieser beiden Werte ist die anzuwendende kritische Differenz f -mal so groß. Die dazugehörige Standardabweichung beträgt $f \cdot \sigma \cdot \sqrt{2}$. Der Wert f wird als „kritischer Spannweitenfaktor“ bezeichnet und hängt von dem zuzuordnenden Wahrscheinlichkeitsniveau und von der Form der Verteilung der Messwerte ab (DIN ISO 5725-6, 2002). Daraus ergibt sich für die Wiederholgrenze (r) bzw. die Vergleichgrenze (R) (DIN ISO 5725-6, 2002):

$$r = f \cdot \sigma_r \cdot \sqrt{n} \qquad \text{Gleichung 75}$$

$$R = f \cdot \sigma_R \cdot \sqrt{n} \qquad \text{Gleichung 76}$$

Der Wert f beträgt bei einer Normalverteilung und einem Wahrscheinlichkeitsniveau von 95 % 1,96. Bei der Prüfung zweier Ermittlungsergebnisse, die unter Wiederholbedingungen bzw. unter Vergleichbedingungen gewonnen wurden, wird die Differenz der beiden Ermittlungsgrenzen mit der Vergleichgrenze $R = 2,77 \cdot \sigma_R$ bzw. mit der Wiederholgrenze $r = 2,77 \cdot \sigma_r$ verglichen. Durch den Vergleich mit Grenzwerten ist es möglich, anormale Ermittlungsergebnisse zu erkennen.

5.11.2 Annehmbarkeit von Ermittlungsergebnissen

Für die Anwendung dieses Prüfverfahrens zur Ermittlung der Annehmbarkeit der Ermittlungsergebnisse wird vorausgesetzt, dass die Messung nach einem Messverfahren ausgeführt wird, welches vereinheitlicht ist (z.B. Prüfungen nach Norm) und dessen Standardabweichungen σ_r und σ_R bekannt sind. Vorausgesetzt wird weiters, dass die Ermittlungsergebnisse unter Wiederholbedingungen bzw. Vergleichbedingungen gewonnen wurden und dass das Wahrscheinlichkeitsniveau 95 % beträgt (DIN ISO 5725-6, 2002). Bei zwei gewonnenen Ermittlungsergebnissen wird die Differenz dieser beiden Ergebnisse mit der Wiederholgrenze bzw. mit der Vergleichgrenze vergli-

chen. Wird der Betrag von r nicht überschritten, so wird das Messergebnis als unproblematisch angesehen und für das Schlussergebnis der Messung wird der arithmetische Mittelwert der beiden Ermittlungsergebnisse angegeben. Wird der Wert von r überschritten, sollte das Laboratorium zwei weitere Ergebnisse ermitteln (DIN ISO 5725-6, 2002). Die Spannweite der vier Ermittlungsergebnisse ist $(x_{\max} - x_{\min})$ und darf höchstens gleich dem Wert $CR_{0,95}(4)$ sein (DIN ISO 5725-6, 2002). Für n Ermittlungsergebnisse errechnet sich der kritische Bereich einer Messung wie folgt:

$$CR_{0,95}(n) = f(n) \cdot \sigma_r \quad \text{Gleichung 77}$$

Die Faktoren $f(n)$ für die kritische Spannweite sind im Anhang (Tabelle A-5) aufgelistet. Neben einem Verfahren zur Ermittlung der Anwendbarkeit eines Ermittlungsergebnisses ist es im Rahmen des Qualitätsmanagements erforderlich, ein Verfahren zur Bestimmung der Stabilität eines Messverfahrens im Laboratorium zu etablieren (siehe Kapitel 5.11.3).

5.11.3 Stabilitätsprüfung

Bei einem Messverfahren, welches in einem Laboratorium angewandt wird, sollte sowohl die Präzision als auch die Richtigkeit des Messverfahrens zufriedenstellend sein. In dem Präzisionsmaß eines Messverfahrens werden die zufälligen Ursachen für eine Messabweichung behandelt, während bei dem Richtigkeitsmaß eines Messverfahrens die systematischen Abweichungen zur Geltung kommen. Dies ist jedoch nur dann möglich, wenn ein wahrer Wert bekannt oder geeignetes Referenzmaterial für das jeweilige Merkmalsniveau vorhanden ist.

In der DIN ISO 5725-6 wird für die Prüfung der Präzision die Shewhart-Qualitätsregelkarte und für die Richtigkeit die Qualitätsregelkarte für kumulierte Werte empfohlen. Bei einer Regelkarte (siehe Abbildung 7) werden Warngrenzen festgelegt. Messergebnisse, die innerhalb dieser Warngrenzen liegen, können als stabil angesehen werden.

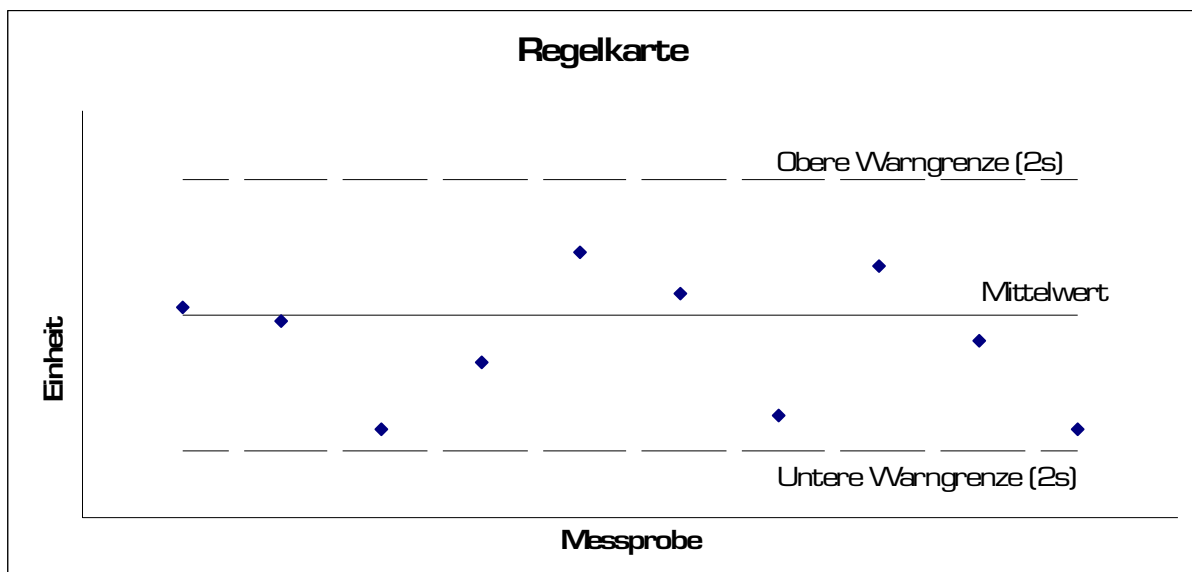


Abbildung 7: Schematische Darstellung einer Regelkarte

5.11.4 Beurteilung von Labors

Wird ein vereinheitlichtes Messverfahren in mehreren Laboratorien angewendet, so kann mit Hilfe der Daten, die aus einem Ringversuch gewonnen wurden, die Arbeitsweise eines Labors beurteilt werden. Es wird vorausgesetzt, dass die Präzision des Messverfahrens bereits bestimmt wurde (DIN ISO 5725-6, 2002) (siehe Kapitel 5.8). Um eine quantitative Beurteilung der Anwendung des Messverfahrens durch das Labor zu erzielen, ist es notwendig im Laboratorium einen Versuch zur Qualitätslenkung durchzuführen.

Ist für dieses Messverfahren ein Referenzmaterial vorhanden, kann die Beurteilung in einem einzelnen Labor stattfinden. Für die Beurteilung der internen Präzision eines Laboratoriums werden Messungen unter Wiederholbedingungen ausgeführt. Die Standardabweichung innerhalb einer Zelle wird anschließend mit der bekannten Wiederholstandardabweichung verglichen. Das Annahmekriterium lautet (DIN ISO 5725-6, 2002):

$$\frac{s_r^2}{\sigma_r^2} < \frac{\chi_{(1-\alpha)}^2(\nu)}{\nu} \quad \text{Gleichung 78}$$

Wobei $\chi_{(1-\alpha)}^2(\nu)$ das $(1 - \alpha)$ -Quantil der χ^2 -Verteilung mit $\nu = n - 1$ Freiheitsgraden darstellt. (DIN ISO 5725-6, 2002)

Für die Beurteilung der systematischen Abweichungskomponente lautet das Kriterium (DIN ISO 5725-2, 2002):

$$|\bar{y} - \mu| = 2\sqrt{\sigma_R^2 - \sigma_r^2 \frac{(n-1)}{n}} \quad \text{Gleichung 79}$$

Legende für Gleichung 78 und Gleichung 79

n	Anzahl der Messungen
s_r^2	Wiederholvarianz
\bar{y}	Arithmetischer Mittelwert von Ermittlungsergebnissen
α	Signifikanzniveau
μ	wahrer Wert oder anerkannter Referenzwert eines Merkmalsniveau
ν	Anzahl von Freiheitsgraden
σ_r^2	Wahrer Wert der Wiederholvarianz
σ_R^2	Wahrer Wert der Vergleichvarianz
$\chi_{(1-\alpha)}^2(\nu)$	$(1 - \alpha)$ -Quantil der χ^2 -Verteilung

6. Bestimmung der Messunsicherheit mit Validierungsdaten

Die in Kapitel 5 beschriebene Methode „Ermittlung der Messunsicherheit aus Ringversuchsdaten“ beruht auf der Untersuchung der Ergebnisqualität des gesamten Prüfverfahrens, während die in Kapitel 4 beschriebene Methode „Ermittlung der kombinierten Messunsicherheit nach GUM“ den jeweiligen Eingangsgrößen einen Unsicherheitsbeitrag zuordnet. Diese einzelnen Beiträge werden zu einer Messunsicherheit zusammengefasst. Eine weitere Möglichkeit der Messunsicherheitsermittlung besteht darin, das Messverfahren an einem Referenzobjekt durchzuführen. Diese Methode beruht auf der Ermittlung von Kennwerten, die die Richtigkeit und die Präzision des Messverfahrens beschreiben. Beide Kennwerte (Richtigkeit und Präzision) beschreiben die Genauigkeit eines Messverfahrens (siehe Kapitel 5). Das Messverfahren wird an einem Referenzobjekt unter laborinternen Vergleichbedingungen durchgeführt, und die gewonnenen Ermittlungsergebnisse werden mit den Referenzwerten verglichen. Laborinterne Vergleichbedingungen bedeutet hierbei, dass verschiedene Laboranten das Messverfahren durchführen und dass die Wiederholung der Messung nach einem längeren Zeitabstand erfolgt. Diese Methode zur Abschätzung der Messunsicherheit besteht aus folgenden Schritten (Eurolab Deutschland, 2006):

- Prüfung der Präzision des Messverfahrens;
- Prüfung auf systematischen Abweichungskomponenten des Messverfahrens;
- gegebenenfalls eine Korrektur der systematischen Abweichungskomponente;
- Ermittlung der Messunsicherheit;

Untersuchungen von Präzision und Richtigkeit eines Messverfahrens werden in Laboratorien regelmäßig durchgeführt. Neu gewonnene Daten können, wenn sie mit den Daten von vorigen Prüfungen vergleichbar sind, zusammengefasst werden, dadurch wird die Basis für die statistischen Größen (Standardabweichung, Mittelwert) verbessert.

6.1 Prüfung der Präzision

Die Präzision des Messverfahrens wird unter Vergleichbedingungen im Labor ermittelt. Für diesen Zweck wird die Standardabweichung herangezogen. Die ermittelte Präzision wird als „Verfahrenspräzision“ und die zugehörige Standardabweichung als „Verfahrensstandardabweichung“ s_v bezeichnet. Sind z.B. zwei Standardabweichungen von früheren Prüfungen vorhanden, so errechnet sich die Verfahrensstandardabweichung s_v wie folgt (Eurolab Deutschland, 2006):

$$s_v^2 = \frac{(n_1 - 1) \cdot s_1^2 + (n_2 - 1) \cdot s_2^2}{n_1 + n_2 - 2} \quad \text{Gleichung 80}$$

Legende:

- n Anzahl der Ermittlungsergebnisse unter laborinternen Vergleichbedingungen einer Messwertreihe
- s Standardabweichung der Ermittlungsergebnisse unter laborinternen Vergleichbedingungen einer Messwertreihe

Die Standardabweichung s_{mess} der aktuellen Messwertreihe (für welche der Präzisionsprüfung durchgeführt wird) wird mit der Verfahrensstandardabweichung s_v verglichen. Es sollte s_{mess} mit s_v in etwa übereinstimmen bzw. sollte sich s_{mess} nicht signifikant von s_v unterscheiden. Im Zweifelsfall erfolgt eine Überprüfung mit dem F-Test.

$$s_{\text{mess}} \approx s_v \quad \text{Gleichung 81}$$

Exkurs: Mit dem F-Test wird überprüft, ob zwei unabhängig gewonnene Zufallsstichproben einer gemeinsamen normalverteilten Grundgesamtheit entstammen. Dabei werden die beiden Varianzen (die größere Varianz wird als s_1 bezeichnet) auf Homogenität überprüft. Ist der errechnete F-Wert ($F = s_1^2 / s_2^2$) größer als der Tabellenwert der F-Verteilung für die jeweiligen Freiheitsgrade und dem gewünschten Signifikanzniveau, so unterscheiden sich die beiden Standardabweichung s_{mess} und s_v signifikant voneinander. Tabellenwerte für die F-Verteilung befinden sich in Lehrbüchern für statistische Datenauswertung, siehe *L. Sachs, Angewandte Statistik*

Sind die beiden Standardabweichungen miteinander vereinbar, wird als nächster Schritt die Richtigkeit des Prüfverfahrens über die systematische Abweichungskomponente überprüft und gegebenenfalls korrigiert (siehe Kapitel 6.2).

6.2 Überprüfung der Richtigkeit des Messverfahrens

Als nächster Schritt wird die Abweichung der am Referenzobjekt erhaltenen Messwerte mit dem Referenzwert verglichen und bewertet. Es besteht die Möglichkeit, jeden einzelnen Messwert mit dem Referenzwert zu vergleichen. Zur Vereinfachung der Prozedur wird die Abweichung des Mittelwertes der Messwertreihe mit dem Referenzwert verglichen. Sollte die Abweichung dieser beiden Werte in einem Bereich liegen, der für den Anwender des Prüfverfahrens nicht akzeptabel ist, dann sollte eine umfangreiche Untersuchung aller Verfahrensschritte erfolgen, um mögliche Fehlerquellen zu eruieren. Befindet sich die systematische Abweichung in einem akzeptablen Bereich, wird als nächster Schritt die statistische Signifikanz überprüft. Eine signifikante systematische Abweichung liegt vor, wenn folgende Bedingung erfüllt ist (Eurolab Deutschland, 2006):

$$\left| \bar{x}_{\text{mess}} - x_{\text{ref}} \right| > 2 \sqrt{\frac{s_{\text{mess}}^2}{n} + u(x_{\text{ref}})^2} \quad \text{Gleichung 82}$$

Legende:

n	Anzahl der Prüfungen einer Messwertreihe unter Wiederhol- bzw. Vergleichbedingungen
s_{mess}	Standardabweichung von n Messwerten
$u(x_{\text{ref}})$	Messunsicherheit des Referenzmaterials
\bar{x}_{mess}	Mittelwert der Messwertreihe
x_{ref}	Referenzwert

Wurde eine signifikante systematische Abweichung festgestellt, wird das Messergebnis korrigiert oder die systematische Abweichung wird in die Messunsicherheit mit eingerechnet (siehe Kapitel 6.3). Ist die systematische Abweichungskomponente nicht signifikant, wird sie in die Messunsicherheit eingerechnet. Eine Korrektur des Messer-

gebnisses bei Auftreten einer signifikanten systematischen Abweichung ist sinnvoll, wenn angenommen werden kann, dass die systematischen Abweichungen über den gesamten Messbereich konstant sind (Eurolab Deutschland, 2006).

Die Korrektur des Messergebnisses wird folgendermaßen durchgeführt (Eurolab Deutschland, 2006):

$$y_{\text{korr}} = y_{\text{mess}} - \Delta \quad \text{Gleichung 83}$$

Δ wird als *mittlere Abweichung* bezeichnet und errechnet sich wie folgt:

$$\Delta = \bar{x}_{\text{mess}} - x_{\text{ref}} \quad \text{Gleichung 84}$$

6.3 Berechnung der Messunsicherheit

Nach erfolgter Korrektur des Messergebnisses wird für das korrigierte Ergebnis eine Standardunsicherheit berechnet (Eurolab Deutschland, 2006):

$$u(y_{\text{korr}})^2 = s(y_{\text{mess}})^2 + u(\Delta)^2 = s_v^2 + \frac{s_{\text{mess}}^2}{n} + u(x_{\text{ref}})^2 \quad \text{Gleichung 85}$$

Ist eine direkte Übertragbarkeit der am Referenzobjekt festgestellten systematischen Abweichung auf die zu untersuchenden Messobjekte eher zweifelhaft, wird von einer Korrektur abgesehen (Eurolab Deutschland, 2006).

Erfolgte keine Korrektur des Messergebnisses bzw. wurde festgestellt, dass die systematischen Abweichungen entsprechend Gleichung 82 nicht signifikant sind, wird die mittlere Abweichung als Unsicherheitsbeitrag in die Messunsicherheit eingerechnet. Die Messunsicherheit errechnet sich dann wie folgt (Eurolab Deutschland, 2006):

$$u(y_{\text{unkorr}})^2 = s(y_{\text{mess}})^2 + u(\Delta)^2 + \Delta^2 = s_v^2 + \frac{s_{\text{mess}}^2}{n} + u(x_{\text{ref}})^2 + (\bar{x}_{\text{mess}} - x_{\text{ref}})^2 \quad \text{Gleichung 86}$$

Mit Hilfe von Gleichung 85 bzw. Gleichung 86 erhält man für ein Messverfahren eine Gesamtmessunsicherheit, die auf dem Prinzip der Genauigkeit aus Kennwerten zur Richtigkeit und Präzision eines Messverfahrens aufgebaut ist.

Die in den Kapiteln 4, 5 und 6 beschriebenen Methoden dienen zur Bestimmung der Messunsicherheit bei Prüfverfahren. Die Verfahren in Kapitel 4 und Kapitel 6 ermöglichen einem Laboratorium die Ermittlung der Messunsicherheit von Messverfahren innerhalb ihres Laboratoriums. Ringversuche (siehe Kapitel 5) ermöglichen nicht nur die Bestimmung der Messunsicherheit, sondern liefern auch die Möglichkeit, die Arbeitsweise eines Laboratoriums bei der Durchführung der Messverfahren zu überprüfen (siehe Kapitel 5.11).

Im weiterführenden Teil dieser Arbeit werden anhand von fünf Prüfverfahren die einzelnen Möglichkeiten für die Ermittlung der Messunsicherheit umgesetzt.

7. Ausgewählte Versuche

Die in diesem Kapitel beschriebenen Versuche werden im ISTU-Labor regelmäßig durchgeführt. Ziel dieses Kapitels ist es, einen Überblick über die Messprinzipien der einzelnen Messverfahren zu liefern und mögliche Quellen der Messunsicherheit aufzuzeigen.

Bei der konventionellen Bitumenprüfung erfolgt die Klassifizierung und Beurteilung der bituminösen Bindemittel bei festgelegten Prüfbedingungen (z.B. Temperatur). Zu den konventionellen Prüfmethoden zählen Nadelpenetration, Brechpunkt nach Fraaß usw. Ein Rückschluss auf das tatsächliche Gebrauchsverhalten ist nur über Erfahrung und Abschätzung möglich. Im Rahmen eines amerikanischen Straßenforschungsprogramms SHRP wurden Prüfmethoden entwickelt, die gebrauchungsverhaltenorientierte Ergebnisse liefern. Prüfmethoden wie Biegebalkenrheometer, Dynamisches Scherrheometer zählen zu diesen Prüfmethoden. Die Klassifizierung der Bitumensorte erfolgt über physikalische Grenzwerte (Litzka, 1998).

7.1 Biegebalkenrheometer (BBR)

Mit dem Biegebalkenrheometer ist es möglich, das Tieftemperaturverhalten von bitumenhaltigen Bindemitteln zu beschreiben. Bei diesem Versuch wird auf die Probe eine Biegezugspannung aufgebracht und die Durchbiegung als Funktion der Zeit gemessen (siehe Abbildung 9) (Arbeitsanweisung des ISTU-Labors AA 305, 2005). Aus der resultierenden Durchbiegung wird die *Biegesteifigkeit S* und der *m-Wert*, welcher die Relaxationsfähigkeit und Kriechfähigkeit des Bitumens beschreibt, errechnet.

7.1.1 Probekörperherstellung und Versuchsdurchführung

Die Herstellung der Probekörper und die Versuchsdurchführung erfolgt nach der ÖNORM EN 14771 und der Arbeitsanweisung des ISTU-Labors AA 305. Das erhitzte Bitumen wird in eine prismatische Form gegossen. Die Form (siehe Abbildung 8 rechts) besteht aus Aluminiumteilen. Aluminium wird aufgrund seines hohen Wärmeleitkoeffizienten verwendet. Ein Auslegen der Innenseite mit Kunststofffolien ist erforderlich, um ein Verkleben des Bitumens mit der Form zu verhindern.

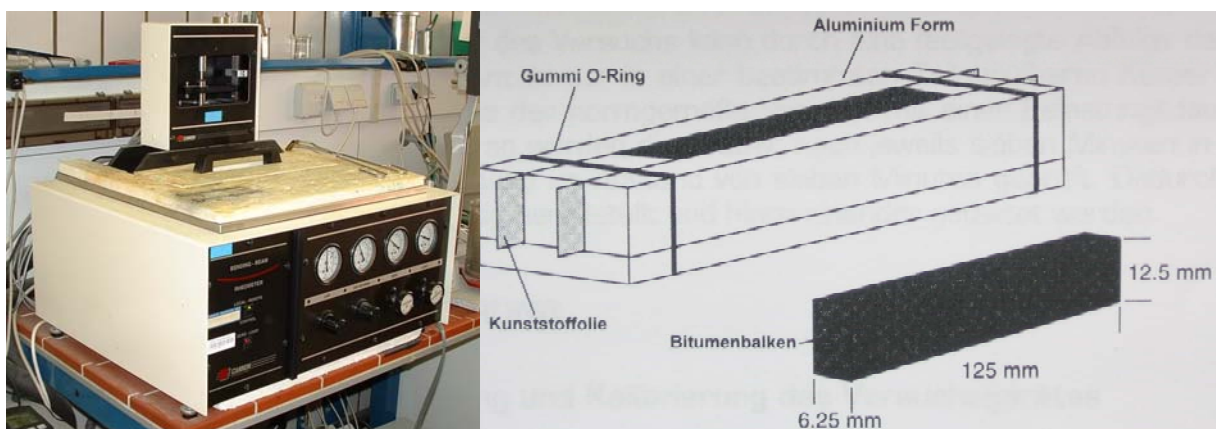


Abbildung 8: Gerät, Ausgussform, Probekörper (Arbeitsanweisung des ISTU-Labors AA 305, 2005)

In jede Form werden 15 g Bitumen gefüllt. Es ist darauf zu achten, dass das Bitumen auf mindestens 180 °C und maximal 185 °C erwärmt wird. Das Eingießen des Bitumens erfolgt in einem Zug mit leichter Überfüllung der Form und mit anschließender Abkühlung bei Raumtemperatur. Der Zeitraum zwischen der Herstellung der Probe und der Versuchsdurchführung darf vier Stunden nicht überschreiten. Beim Ausbau der Probe aus der Form ist darauf zu achten, dass es zu keiner Deformierung des Probekörpers kommt. Durch eine Verformung des Probekörpers kann der Messwert beeinflusst werden. Der Probekörper wird in einem Ethanolbad innerhalb eines Zeitraumes von 60 Minuten auf die gewünschte Prüftemperatur temperiert. Die Temperatur im Flüssigkeitsbad darf sich von der Prüftemperatur höchstens um $\pm 0,1$ °C unterscheiden. Für jede Prüfung an einer Bitumensorte werden zwei Messungen durchgeführt. Dabei ist darauf zu achten, dass die beiden Probekörper gleich viel Zeit im Ethanolbad verbringen. Bei einer unterschiedlich langen Lagerung würde ein Unterschied in der Bitumensteifigkeit auftreten.

Eine Kalibrierung des Versuchsgerätes erfolgt einmal täglich. Bevor der Versuch durchgeführt wird, muss die Temperatur für das Ethanolbad eingestellt werden. Die Temperatur zwischen dem Ethanolbad und der angezeigten Temperatur ist mit einem kalibrierten Thermometer zu kontrollieren. Sollte es eine Abweichung von mehr als $\pm 0,1$ °C geben, so ist dies zu vermerken.

Bevor mit dem Einbau des Prüfkörpers in das Messgerät begonnen wird, sind die Dicke und die Breite des Probekörpers zu messen. Die Breite des Balkens hat einen großen Einfluss auf das Messergebnis. Nach dem Einbau wird eine *Kontaktlast* auf den Probekörper aufgebracht, um die Übertragung zwischen Probekörper und Lastübertragungskopf sicherzustellen. Der anschließende Ablauf der Prüfung erfolgt mit einem programmierten Prüfsystem. An den Probekörper wird dabei eine *Prüflast* von 930 mN in einem Zeitraum von 240 Sekunden aufgebracht und das Prüfgerät zeichnet die Durchbiegung in Feldmitte sowie die Prüflast auf. Die Steifigkeit wird aus der Durchbiegung berechnet (siehe Gleichung 87). Die Steifigkeit wird über die Belastungszeit als Graph im doppeltlogarithmischen Maßstab aufgetragen. Die Steigung einer Tangente an diese Kurve stellt den m-Wert dar (siehe Abbildung 9).

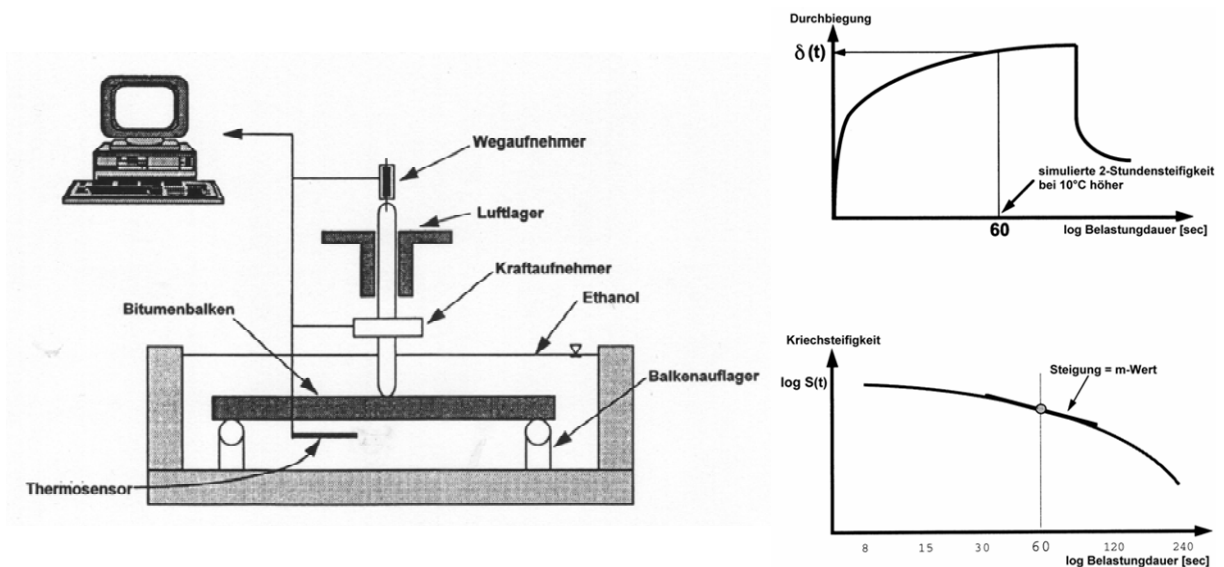


Abbildung 9: Messprinzip des BBR (Blab, 2004)

Messungen, bei denen die Durchbiegung in Feldmitte größer als vier Millimeter oder kleiner als 0,08 Millimeter ist, sind ungültig. Bei einer Durchbiegung größer als vier Millimeter ist die Linearität der Verformung nicht mehr gegeben, und bei weniger als 0,08 Millimeter besitzt die Aufzeichnung des Prüfgerätes eine nicht ausreichende Genauigkeit (ÖNORM EN 14771, 2005). Die gemessene Steifigkeit $S_m(t)$ wird für die Belastungszeiten von 8,0 s, 15 s, 30,0 s, 60,0 s, 120 s, und 240 s mit folgender Gleichung berechnet (ÖNORM EN 14771, 2005):

$$S_m(t) = \frac{PL^3}{4bh^3\delta(t)} \quad \text{Gleichung 87}$$

Der m-Wert wird für die gleichen Belastungszeiten ermittelt (ÖNORM EN 14771, 2005):

$$m(t) = \left| \frac{d \log[S(t)]}{d \log(t)} \right| = |B + 2 \times C \times \log(t)| \quad \text{Gleichung 88}$$

Legende für Gleichung 87 und Gleichung 88

A, B, C	Regressionskoeffizienten aus der Gleichung $\log[S_c(t)] = A + B \cdot \log(t) + C \cdot [\log(t)]^2$
b	Breite des Probekörpers [mm]
h	Höhe des Probekörpers [mm]
L	Abstand zwischen den beiden Auflagern [mm]
m(t)	m-Wert zur Zeit t
P	gemessene Prüflast [mN]
S(t)	Biegekriechsteifigkeit zur Zeit t [MPa]
$S_m(t)$	Biegekriechsteifigkeit zur Zeit t [MPa]
t	Belastungsdauer [sec]
$\delta(t)$	Durchbiegung des Probekörpers zur Zeit t [mm]

Die Biegekriechsteifigkeit S und der m-Wert sind für die entsprechenden Belastungszeiten als arithmetischer Mittelwert aus mindestens zwei Prüfungen anzugeben. Die Steifigkeit wie auch der m-Wert sind mit drei Wertestellen anzugeben. Die Differenz zwischen zwei Ermittlungsergebnissen überschreitet die Werte, die in Tabelle 3 aufgelistet sind, in einem von zwanzig Fällen (ÖNORM EN 14771, 2005).

Tabelle 3: Wiederhol- und Vergleichpräzision (ÖNORM EN 14771, 2005)

	Wiederholpräzision r % des Mittelwerts	Vergleichpräzision R % des Mittelwert
Kriechsteifigkeit	9	27
m- Wert	4	13

7.2 Nadelpenetration

Die Bestimmung der Nadelpenetration gehört zu den konventionellen Bitumenprüfungen. Bei diesem Verfahren wird die Härte von Bitumen bestimmt. Dabei wird die Wegstrecke gemessen, die eine Nadel unter festgelegten Bedingungen senkrecht in einer Probe zurücklegt.

7.2.1 Probekörpervorbereitung

Das Bitumen wird auf 135 °C erhitzt und in einen Penetrationstiegel gefüllt. Dabei ist darauf zu achten, dass die Höhe der Einfüllung mindestens 10 Millimeter größer ist als die zu erwartete Penetration. Die Proben sind anschließend bei Raumtemperatur (15 °C bis 30 °C) zu lagern.

7.2.2 Messung und Auswertung

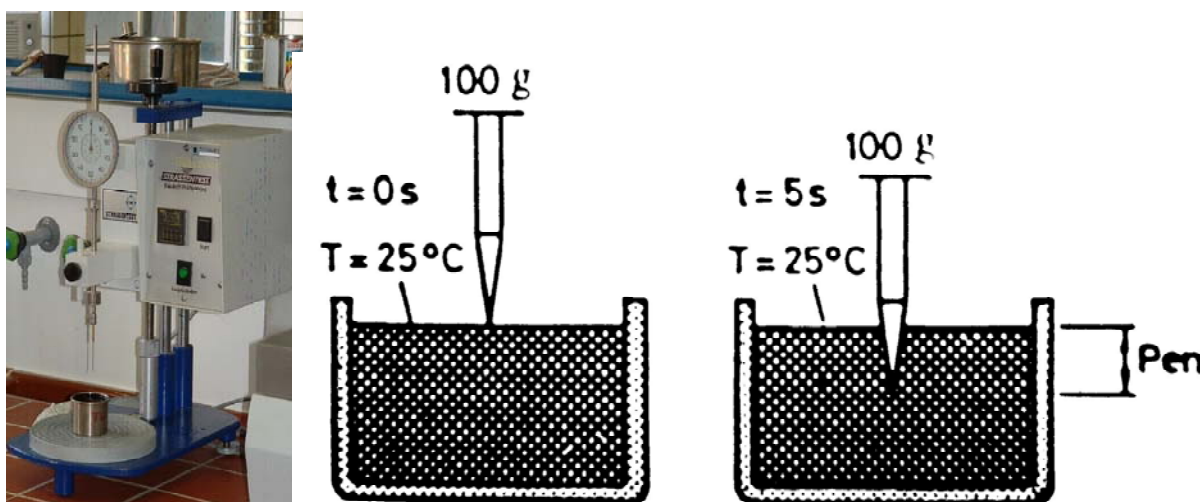


Abbildung 10: Nadelpenetration (Litzka, 2000/2001)

Bevor mit der Prüfung begonnen wird, sind die Proben für die gleiche Zeitspanne, die für die Abkühlung benötigt wurde, in ein temperaturkonstantes Bad zu legen. Die Prüfung erfolgt unter folgenden Bedingungen:

- Prüftemperatur $25 \pm 0,1$ °C
- Belastung $100 \pm 0,1$ g
- Prüfzeit $5 \pm 0,1$ s

Der Zeitraum zwischen Abkühlen und Temperieren darf 4,5 Stunden nicht überschreiten. Die Prüfung erfolgt unter Wasser in einem Aufnahmegefäß auf dem Penetromertisch. Die Nadel wird bis an die Bitumenoberfläche abgesenkt ohne einzudringen. Die Anzeige des Penetrometerskala wird auf Null gestellt. Mit dem Auslösen der Arretierung der Führungstange beginnt auch die Stoppuhr zu laufen. Die Eindringtiefe wird abgelesen (siehe Abbildung 10). Es sind drei Messungen an verschiedenen Punkten durchzuführen, welche nicht weniger als 10 mm vom Tiegelrand und untereinander entfernt sein dürfen. Das Prüfergebnis ist der Mittelwert der Ergebnisse, gerundet auf die nächste ganze Zahl. Es ist in Zehntel-Millimeter anzugeben.

7.3 Dynamisches Scherrheometer (DSR)

Bitumen muss, um Spurrinnen zu vermeiden bei hohen Temperaturen, steif und elastisch sein. Um Ermüdungsrisse zu vermeiden, muss es bei tiefen Temperaturen leicht verformbar aber trotzdem ausreichend elastisch sein. Beide Eigenschaften lassen sich über den komplexen Schermodul G^* und über den Phasenverschiebungswinkel δ ausdrücken. Diese beiden Komponenten lassen sich mit Hilfe des „Dynamischen Scherrheometer“ bestimmen. Die Versuchsdurchführung und die Probenvorbereitung werden gemäß ÖNORM EN 14770 durchgeführt.

7.3.1 Probenkörpervorbereitung

Eine Menge von 10 g Bitumen wird erwärmt und homogenisiert. Das flüssige Bitumen wird in die entsprechende Kautschukform gegossen (2-3 g). Während das Bitumen in der Form auf Raumtemperatur abkühlt, werden die Messsensoren, welche sich am Gerät befinden, auf Messtemperatur vorgewärmt. Die Messsensoren bestehen aus zwei Platten. Das Bitumenplättchen wird auf die untere Platte gelegt, anschließend werden die Platten des Messensors zusammengefahren. Dabei entsteht ein Bitumenbauch auf der Seite, der mit einem Spatel abgeschnitten wird. Anschließend wird der Abstand zwischen den Platten nachjustiert. Es erfolgt die Temperatureinstellung des Messensors und der Probe mittels eines Temperiermediums (Wasser). Das Wasser umspült den gesamten Messsensor. Nachdem die Probe die Messtemperatur erreicht hat, wird noch etwa zehn Minuten gewartet, um eine gleichmäßige Durchtemperierung der Probe zu erreichen, bevor mit dem Messvorgang begonnen wird (Arbeitsanweisung des ISTU-Labors AA 304, 2005).

7.3.2 Messung und Auswertung

Zuerst findet ein Einschwingvorgang für die obere Platte statt, indem diese mit einer Frequenz von 1,5 Hz zehn Zyklen lang oszilliert (siehe Abbildung 11). Dabei wird vom DSR jenes Drehmoment gemessen, welches benötigt wird, um die eingestellte Deformation zu erreichen. Bei den nächsten zehn Messschwingungen oszilliert die obere Platte mit dem gemessenen Drehmoment und die Deformation wird gemessen. Der DSR ist an einen Computer angeschlossen, über diesen erfolgt sowohl die Messeinstellung als auch die Datenauswertung. Es werden der komplexe Schermodul G^* und der Phasenverschiebungswinkel δ vom Computer ausgegeben. Der Schermodul ist in Pascal auf drei Wertestellen und der Phasenwinkel in Grad, auf $0,1^\circ$ gerundet anzugeben (ÖNORM EN 14770, 2006).

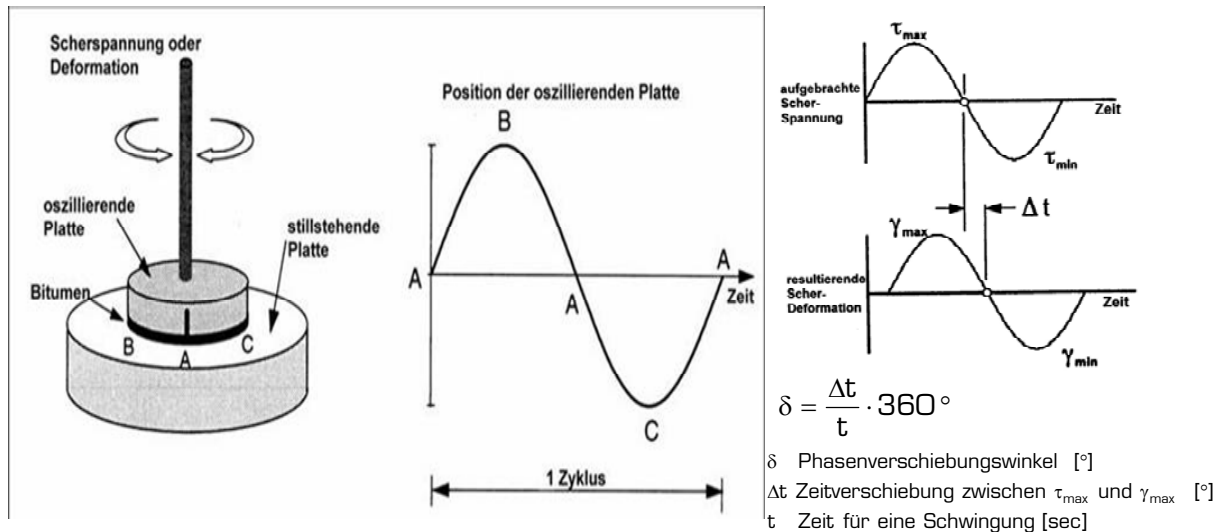


Abbildung 11: Messprinzip des DSR, (Litzka, 1998)

7.4 Bestimmung der maximalen Rohdichte

Die *Rohdichte* wird zusammen mit der *Raumdichte* benötigt, um den Hohlraumgehalt einer verdichteten Asphaltprobe und andere, mit dem Volumen im Zusammenhang stehende Eigenschaften von verdichteten Proben zu errechnen (ÖNORM EN 12697-5, 2002). Die Rohdichte wird mit Hilfe eines volumetrischen Verfahrens bestimmt.

7.4.1 Probekörpervorbereitung

Die Probenahme erfolgt gemäß EN 12697-27. Die entnommenen Proben werden entsprechend EN 12697-5 vorbereitet (EN 12697-5, 2002):

- Mischgutproben durch entsprechendes Homogenisieren;
- Ausbauproben werden gereinigt, bis zur Massekonstanz getrocknet und zerlegt;
- die Zerlegung erfolgt in grobe Bestandteile und Agglomerate, die eine maximale Größe von sechs Millimetern aufweisen;

Nach erfolgreicher Zerlegung wird das Prüfverfahren durchgeführt. Dabei müssen die Massen auf 0,1 g genau bestimmt werden und das Volumen des Pyknometers muss auf $0,5 \times 10^{-6} \text{ m}^3$ genau ermittelt werden (EN 12697-5, 2002).

7.4.2 Messung und Auswertung

Die Durchführung der Messung erfolgt gemäß EN 12697-5 und der Arbeitsanweisung des ISTU-Labors AA 405:

- Wägung des leeren Pyknometers (siehe Abbildung 12) (Gewicht m_1);
- Füllung des Pyknometers mit der heißen Mischgutprobe und erneutes Wiegen (Gewicht m_2);
- Füllung des Pyknometers mit gekochtem Wasser bzw. mit Toluol, bis 30 mm unter den Rand. Die eingeschlossene Luft wird mit Hilfe eines Teilvakuums herausgetrieben;

- Füllung des Pyknometers bis zur Messmarke mit luftfrei gekochtem Wasser oder Toluol;
- das Pyknometer wird in ein Wasserbad gestellt, um die Probe und das Wasser bzw. das Lösungsmittel auf gleiche Temperatur wie das Wasserbad zu bringen. Das Wasserbad hat eine gleichmäßige Temperatur ($\pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$). Bei Verwendung eines Lösungsmittels ist die Temperatur des Wasserbads innerhalb von $\pm 0,2 \text{ }^\circ\text{C}$ zu halten;
- das Pyknometer wird wieder bis zur Messmarke gefüllt und aus dem Wasserbad genommen mit anschließendem Wiegen (Gewicht m_3);

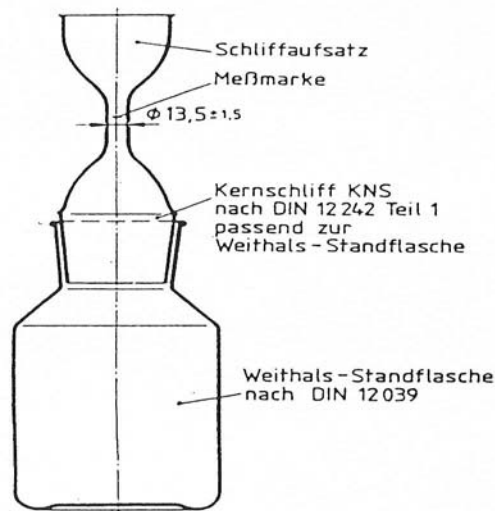


Abbildung 12: Pyknometer (DIN 1996-7, 1992)

Die Rohdichte wird dann wie folgt berechnet:

$$\rho_{mv} = \frac{m_2 - m_1}{1000 \cdot V_p - \frac{m_3 - m_2}{\rho_w}} \quad \text{Gleichung 89}$$

Die Präzisionsdaten für die Verwendung von Wasser stammen aus in Schweden durchgeführten Experimenten. Die Präzisionsdaten für die Verwendung von Lösungsmittel entsprechen DIN 1996-7:1983. Diese Daten sind in Tabelle 4 aufgelistet.

Tabelle 4: Wiederhol- und Vergleichpräzision (ÖNORM EN 12697-5, 2002)

Wiederholpräzision r bei Wasser [kg/m^3]	1,1
Vergleichpräzision R bei Wasser [kg/m^3]	22
Wiederholpräzision r bei Lösungsmittel [kg/m^3]	1,9
Vergleichpräzision R bei Lösungsmittel [kg/m^3]	42

7.5 Kalibrierung – Vier-Punkt-Biegebalken (4PBB)

Für die Ermittlung der Steifigkeit werden in der ÖNORM EN 12697-26 mehrere Verfahren vorgestellt. Im Labor des Institutes für Straßenbau und Straßenerhaltung wird das Verfahren „Vier-Punkt-Biegebalken“ angewandt.

Der Versuch mit dem Vier-Punkt-Biegebalken dient zur Ermittlung der temperatur- und belastungsabhängigen Steifigkeit von Asphalt. Die Messergebnisse dienen als Kenngröße auf die relative Leistungsfähigkeit des Asphaltes in der Fahrbahnbefestigung.

Ein prismatischer Prüfkörper wird einer periodischen Vierpunkt-Biegeprüfung mit freier Rotation und horizontaler Translation an allen Belastungs- und Reaktionspunkten unterzogen. Die Biegung wird durch die Bewegung der mittigen Lastpunkte in vertikaler Richtung senkrecht zur Längsachse erreicht (siehe Abbildung 13).

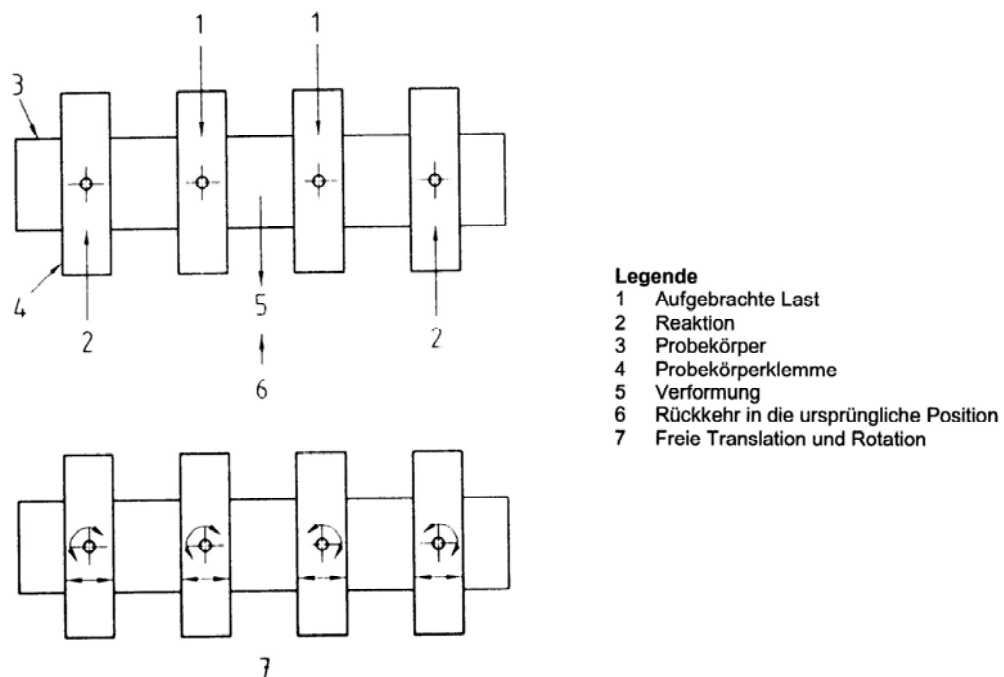


Abbildung 13: Prinzip des 4-Punkt-Biegebalken, (ÖNORM EN 12797-26, 2004)

Die vertikale Lage der beiden Endpunkte bleibt erhalten (ÖNORM EN 12697-26, 2004). Die ausgeübte periodische Verschiebung ist sinusförmig. Beim Versuchsablauf werden die für die Verformung des Probekörpers erforderliche Kraft als Funktion der Zeit sowie als Phasenverzögerung zwischen dem Kraftsignal und dem Verschiebungssignal gemessen (ÖNORM EN 12697-26, 2004).

Um zuverlässige Ergebnisse des Prüfgerätes zu gewährleisten, wird es regelmäßig kalibriert. Für den Kalibriervorgang wird ein Kalibrierkörper aus Aluminium und Teflon verwendet (siehe Abbildung 37 und Abbildung 43). Bei den Versuchen wird im Rahmen der gegenständlichen Arbeit der Einfluss des Drehmomentes auf das Messergebnis untersucht (siehe Kapitel 8.5).

7.5.1 Einbau des Probekörpers und Versuchsablauf

Der Kalibrierkörper aus Aluminium (siehe Abbildung 37) oder Teflon (siehe Abbildung 43) wird gemäß der Arbeitsanweisung AA 001 des Laboratoriums eingebaut (Arbeits-

anweisung des ISTU-Labors AA 001, 2005). Der Kalibrierkörper wird gemeinsam mit der Gestängevorrichtung in die in der Klimakammer angeordnete Prüfvorrichtung eingebaut. Dabei ist zu beachten, dass der Taster 1 (innen liegend) und der Taster 2 innerhalb eines definierten Bereichs schwingen. Wäre dies nicht der Fall, würde keine Materialaufzeichnung erfolgen. Taster 2 steuert den Versuch über die Dehnungsamplitude. Ist der Prüfkörper entsprechend der Arbeitsanweisung AA 001 fertig eingebaut, kann mit der Durchführung der Prüfung begonnen werden.

Bevor der Versuch startet, muss der Kalibrierkörper die gewählte Prüftemperatur erreichen ($\pm 0,5$ °C). Anschließend kann der Kalibrierversuch gestartet werden. Bei dem Versuch wird der Prüfkörper mit einer konstanten Dehnungsamplitude belastet. Diese beträgt für den Kalibrierversuch 0,0339 mm, dies entspricht 50 Mikrostrains. Das Verhältnis Taster 2 zu Taster 1 darf 1,15 nicht überschreiten. Nach dem Versuchsende werden die Daten gespeichert und der Kalibrierkörper ausgebaut.

Es wird der komplexe Modul E^* , der sich aus den Komponenten E_1 und E_2 zusammensetzt und der Phasenwinkel Φ gemessen. Die Komponente E_1 wird als reelle Komponente des komplexen Moduls E^* bezeichnet und errechnet sich wie folgt:

$$E_1 = \gamma \cdot \left(\frac{F}{D} \cos \phi + \frac{\mu}{10^3} \cdot \omega^2 \right) \quad \text{Gleichung 90}$$

Die Komponente E_2 ist die imaginäre Komponente des komplexen Moduls E^* und errechnet sich wie folgt:

$$E_2 = \gamma \cdot \left(\frac{F}{D} \sin \phi \right) \quad \text{Gleichung 91}$$

Legende für Gleichung 90 und Gleichung 91:

- E_1 reelle Komponente des komplexen Moduls [MPa]
- E_2 imaginäre Komponente des komplexen Moduls [MPa]
- F Belastungskraft [N]
- D Verschiebung [mm]
- γ Formfaktor
- μ Massefaktor
- Φ Phasenwinkel [°]
- ω Kreisfrequenz [rad/s]

Mit den Werten E_1 und E_2 wird der komplexe Modul E^* berechnet:

$$|E^*| = \sqrt{E_1^2 + E_2^2} \quad \text{Gleichung 92}$$

8. Bestimmung der Messunsicherheit für die ausgewählten Bitumen- und Asphaltprüfungen

Das Laboratorium des Institutes für Straßenbau und Straßenerhaltung nahm im Jahre 2005 an einem Ringversuch teil. Bei diesem Ringversuch wurden mehrere Prüfverfahren durchgeführt. Für die gegenständliche Arbeit wurden zwei Versuche herausgenommen, um die Messunsicherheit mit Hilfe von Daten eines Ringversuchs zu bestimmen. Bei diesen beiden Versuchen handelt es sich um:

- Dynamisches Scherrheometer (DSR)
- Nadelpenetration

Außerdem wurden drei weitere Versuche analysiert, die regelmäßig im Labor durchgeführt werden. Bei den Versuchen handelt es sich um:

- Kalibrierung am 4-Punkt-Biegebalken
- Rohdichtebestimmung
- Biegebalkenrheometer (BBR)

Für den Versuch 4-Punkt-Biegebalken wird der Einfluss des Einspannmomentes auf die Messwerte untersucht. Bei der Rohdichtebestimmung wird der Einfluss der Laboranten auf die Vergleichspräzision untersucht. Für den Biegebalken-Rheometer wird die Wiederholpräzision ermittelt.

8.1 Biegebalkenrheometer

Mit Hilfe dieses Versuches wird die Steifigkeit und der m -Wert bestimmt (siehe Kapitel 7.1). Ziel dieser statistischen Untersuchung ist es, die Auswirkung unterschiedlicher Chargen auf die Messunsicherheit zu bestimmen. Für die Bitumensorte B70/100 werden Werte von mehreren Jahren herangezogen. Diese sind im Anhang in Tabelle B-1 aufgelistet. Bei dem Versuch werden die Biegesteifigkeit S und der m -Wert für 8 s, 12 s, 15 s, 30 s, 60 s, 120 s, 240 s aufgezeichnet. Für die weitere Berechnung wird jedoch nur der Wert für 60 Sekunden herangezogen, da dies jener Wert ist, der bei der Bestimmung des Tieftemperaturverhaltens von Bitumen maßgebend ist. Der Versuch wird bei Temperaturen von -12 °C , -18 °C und -24 °C durchgeführt. Für die Temperatur von -24 °C wurde nur eine Charge aus dem Jahre 2004 zur Verfügung gestellt. Für jede Temperatur werden zwei Messungen durchgeführt. Der Mittelwert ist die Prüfgröße.

Die in der ÖNORM EN 14771 (siehe Tabelle 3) aufgelisteten Wiederholpräzisionen werden nicht überschritten (siehe Tabelle 5 und Tabelle 6).

Tabelle 5: Wiederholpräzision r in [%] der Biegesteifigkeit S für den Versuch BBR

Temperatur [°C]	Wiederholpräzision r [%]		
	Messdatum		
	19.11.2004	06.06.2006	23.04.2007
-12	5,23		3,32
-18	4,81	7,04	1,97

Tabelle 6: Wiederholpräzision r in [%] des m-Wertes für den Versuch BBR

Temperatur [°C]	Wiederholpräzision r [%]		
	Messdatum		
	19.11.2004	06.06.2006	23.04.2007
-12	1,32		2,59
-18	2,35	2,92	1,50

In Abbildung 14 werden die einzelnen Prüfgrößen der jeweiligen Jahre sowie die Standardabweichung der beiden Messwiederholungen dargestellt. Für die Probe aus dem Jahre 2005 wurde nur eine einzelne Probe bei einer Temperatur von -18 °C geprüft. Neben der Steifigkeit S wird auch der m-Wert bei der Prüfung ermittelt. Abbildung 15 zeigt die ermittelten m-Werte und deren Abweichungen zwischen den Wiederholmessungen. Die Schwankungen der Prüfgrößen der einzelnen Jahre, bei einer Temperatur von -18 °C, sind sowohl bei der Steifigkeit S als auch beim m-Wert gering.

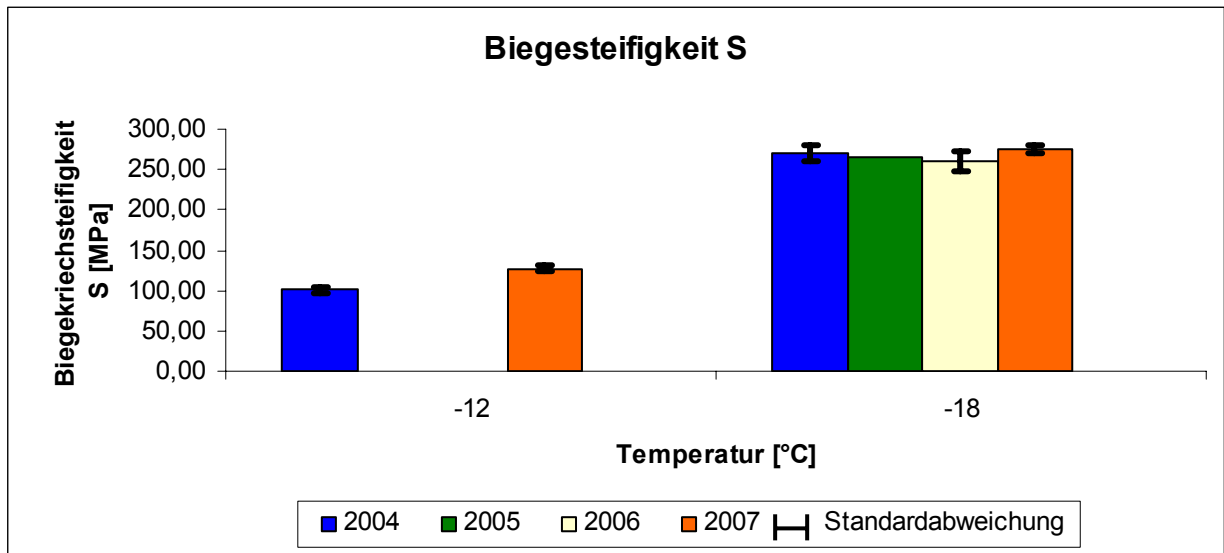


Abbildung 14: BBR, Ermittelte Biegesteifigkeit S der einzelnen Jahre für die Temperaturen -12 °C und -18 °C

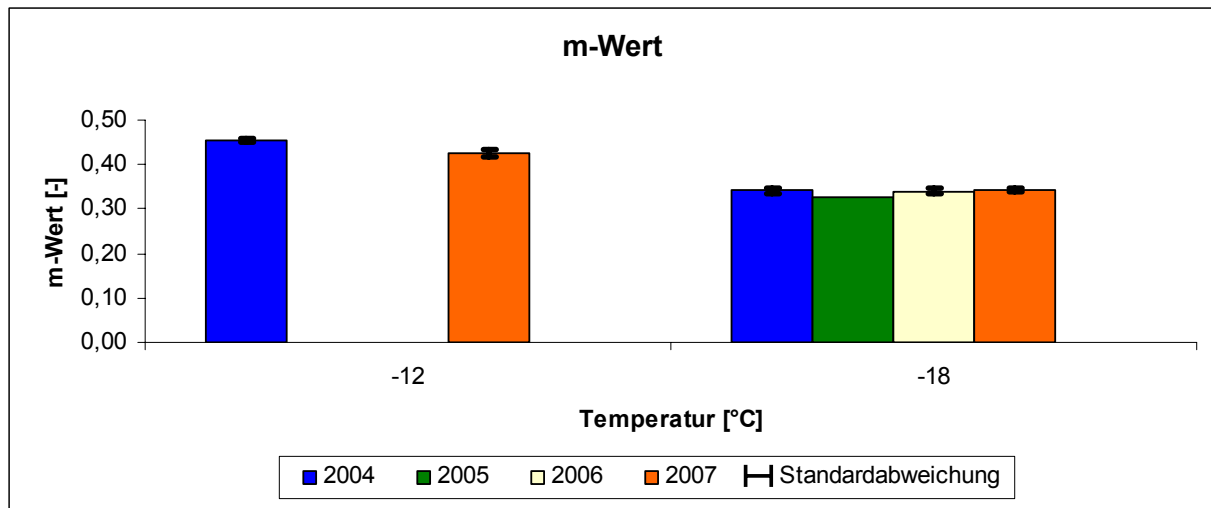


Abbildung 15: BBR, Ermittelte m-Wert der einzelnen Jahren für die Temperaturen -12 °C und -18°C

Aus den einzelnen Mittelwerten wird ein Gesamtmittelwert errechnet. Die einzelnen Standardabweichungen werden nach Gleichung 80 zu einer gesamten Wiederholstandardabweichung zusammengefasst. Der Variationskoeffizient errechnet sich aus Standardabweichung durch Gesamtmittelwert mal 100.

Die in Tabelle 7 aufgelisteten Daten zeigen den Gesamtmittelwert der gesamten Messungen getrennt nach Temperaturen sowie die einzelnen Wiederholstandardabweichungen. V_s ist der Variationskoeffizient der Steifigkeit. $V_{m\text{-Wert}}$ ist der Variationskoeffizient des m-Wertes.

In Abbildung 16 ist zu erkennen, dass für die Biegesteifigkeit S bei tieferen Temperaturen höhere Standardabweichungen auftreten. Der Anteil der Standardabweichung bezogen auf den Gesamtmittelwert ist gering. Auch die Standardabweichung für den m-Wert steigt bei tiefen Temperaturen an (siehe Abbildung 17).

Tabelle 7: Wiederholpräzision

Temperatur [°C]	Gesamtmittelwert S [MPa]	Wiederholpräzision r von S [MPa]	Gesamtmittelwert m	Wiederholpräzision r von m-Wert [-]	V_s [%]	$V_{m\text{-Wert}}$ [%]
-12	114,45	3,39	0,44	0,0063	2,96	1,42
-18	267,87	9,43	0,34	0,0056	3,51	1,67
-24	512	46,67	0,2315	0,0191	9,11	8,25

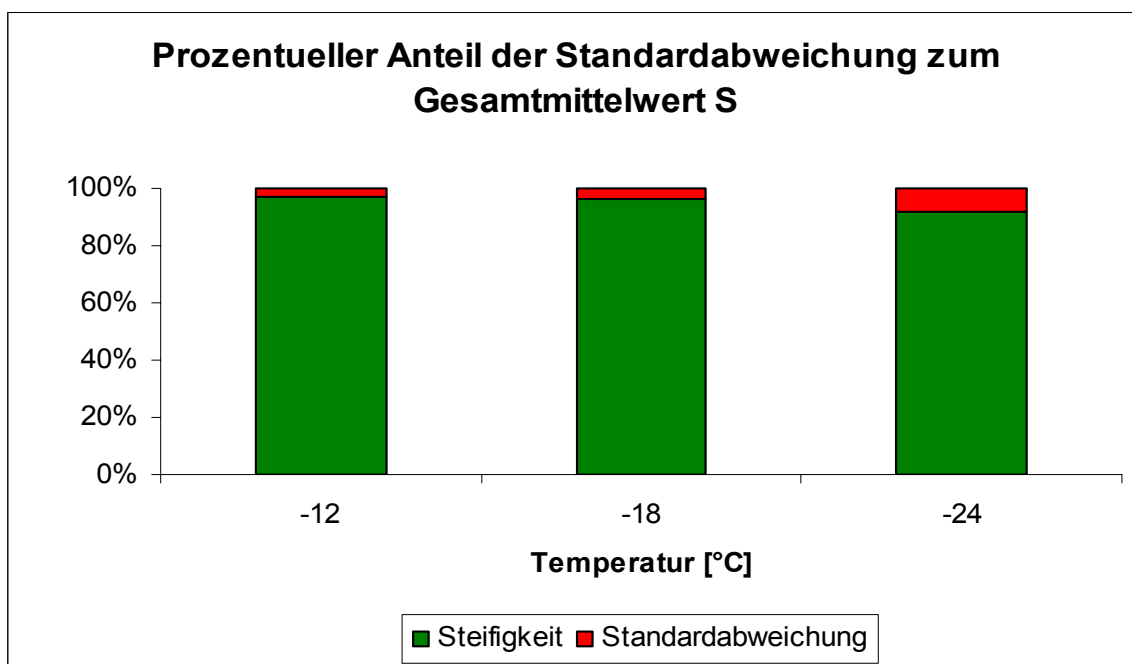


Abbildung 16: BBR, Prozentueller Anteil der Wiederholstandardabweichung zur Biegesteifigkeit S für die Temperaturen -12°C, -18 °C, -24 °C

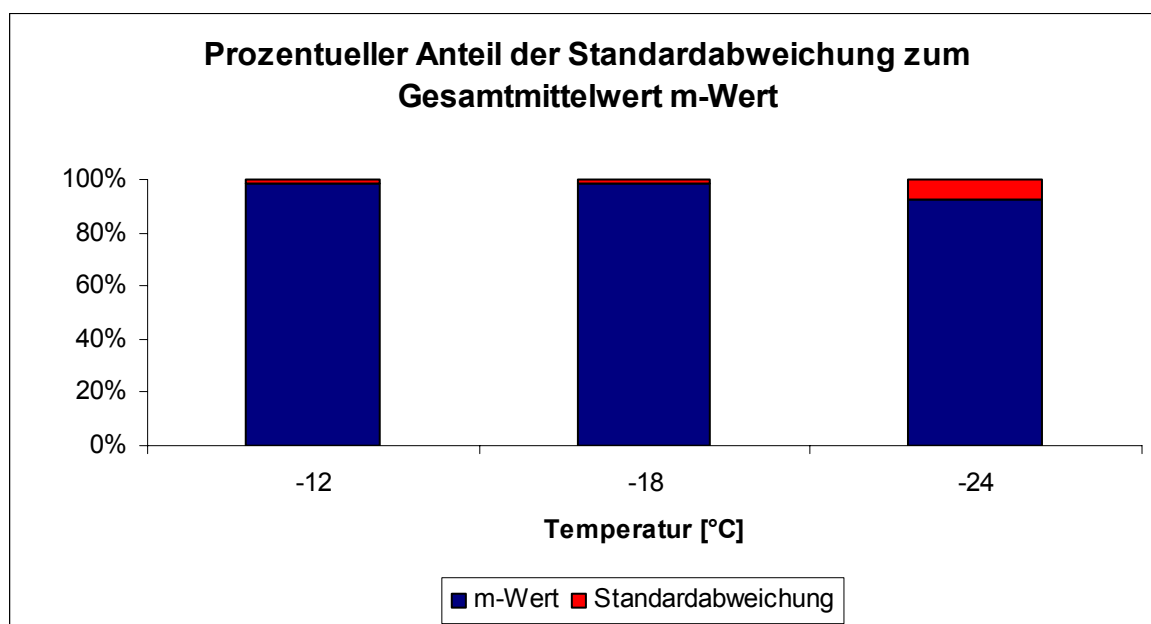


Abbildung 17: BBR, Prozentueller Anteil der Wiederholstandardabweichung zum m-Wert für die Temperaturen -12°C, -18 °C, -24 °C

8.2 Nadelpenetration

Das Labor des Institutes für Straßenbau und Straßenerhaltung nahm im Rahmen der Arbeitsgemeinschaft der Bitumen-Industrie im Jahre 2005 an einem Ringversuch zur Nadelpenetration teil.

Der Versuch wurde mit zwei Bitumensorten durchgeführt. Bei dem Bitumen handelt es sich um die Sorten B50/70 und PmB 45. An dem Ringversuch für die Bitumensorte B50/70 nahmen 24 Laboratorien teil, für die Bitumensorte PmB 45 waren es 22 Laboratorien. Jedes Laboratorium führte an zwei Proben jeweils drei Messungen durch. Aufgrund der geringen Streuung zwischen den Proben wurde angenommen, dass die Ergebnisse als wiederholbare Prüfungen unter Wiederholbedingungen betrachtet werden können.

8.2.1 Messunsicherheitsermittlung für Bitumen B50/70

Die Messergebnisse für die Bitumensorte B 50/70 sind in der Tabelle 8a zusammengestellt. Weiters enthalten diese Tabellen jeweils die Ergebnisse der grafischen Vereinbarkeitsprüfung nach Mandel (Tabelle 8b) und die numerischen Ausreißertests (Tabelle 8c).

Anwendung der Mandel-h- und Mandel-k-Statistik

Zuerst werden für die grafische Vereinbarkeitsprobe die k- und h-Werte berechnet (Gleichung 34 und Gleichung 35). Durch die Anwendung der Mandel-h- und Mandel-k-Statistik (siehe Kapitel 5.6) wird gezeigt, dass Laboratorium 8 gegenüber den anderen Laboratorien sehr hohe Ermittlungsergebnisse (siehe Abbildung 18) und Laboratorium 20 eine hohe Streuung bei den Wiederholmessungen (Abbildung 19) aufweist. Die Laboratorien 13, 17 und 22 weisen auch einen sehr hohen k-Wert auf (siehe Abbildung 19).

Die Grenzwerte für Mandel-k und Mandel-h werden Tabelle A-3 für 1 % des Signifikanzniveaus und Tabelle A-4 für 5 % des Signifikanzniveaus entnommen. Die 5 % Grenze beschreibt ein Vertrauensniveau von 95 %. Während bei Überschreitung der 1 % Grenze mit einer Wahrscheinlichkeit von 99 % damit zu rechnen ist, dass es sich um einen möglichen Ausreißer handelt.

Die möglichen Ausreißer nach der Mandel-h- bzw. Mandel-k-Statistik werden mit Hilfe der numerischen Ausreißertests weiter überprüft (siehe Anwendung der Tests nach Cochran und Grubbs).

Anwendung der Tests nach Cochran und Grubbs

Der Cochran-Test (siehe Kapitel 5.7.1) zeigt, dass die Messergebnisse von Laboratorium 20 einen Ausreißer darstellen, der in der Folge bei der Auswertung nicht mehr berücksichtigt wird. Die errechnete Standardabweichung von Laboratorium Nummer 20 beträgt 1,53 (siehe Tabelle 8a). Die Prüfgröße C (nach Gleichung 36) ergibt einen Wert von 0,189 (Tabelle 8c). Diese Prüfgröße ist größer als die beiden Grenzwerte (siehe Tabelle A-1). Bei dem darauffolgend durchgeführten Cochran-Test wurden keine Ausreißer festgestellt, wobei hier das Ausreißerlaboratorium nicht in die Berechnung mit einbezogen wurde (Tabelle 8d).

Entsprechend Kapitel 5.7.2 wird der Grubbs-Test ebenfalls angewendet. Der Test wird auf den größten (Gleichung 37) bzw. dem kleinsten Mittelwert (Gleichung 40) der Messwertreihe sowie auf die beiden kleinsten (Gleichung 45) bzw. größten Mittelwerte (Gleichung 41) einer Prüfreihe angewendet. Mit der Prüfgröße G_p wird der größte Mittelwert einer Messwertreihe auf einen möglichen Ausreißer überprüft und gemäß Gleichung 37 berechnet. Die Prüfgröße G wurde nach Gleichung 41 berechnet und bezieht sich darauf, ob die beiden größten Mittelwerte einer Messwertreihe mögliche Ausreißer sind. Für die Überprüfung des kleinsten Mittelwertes einer Messwertreihe wird die Prüfgröße G_1 (Gleichung 40) berechnet. Die Prüfgröße G_2 (Gleichung 45) wird für die Überprüfung der beiden kleinsten Mittelwerte einer Messwertreihe auf mögliche Ausreißer eingesetzt. Die jeweiligen Grenzwerte sind der Tabelle A-2 entnommen. Die einzelnen Grubbs-Tests ergaben keine Ausreißer (siehe Tabelle 8c bzw. Tabelle 8d).

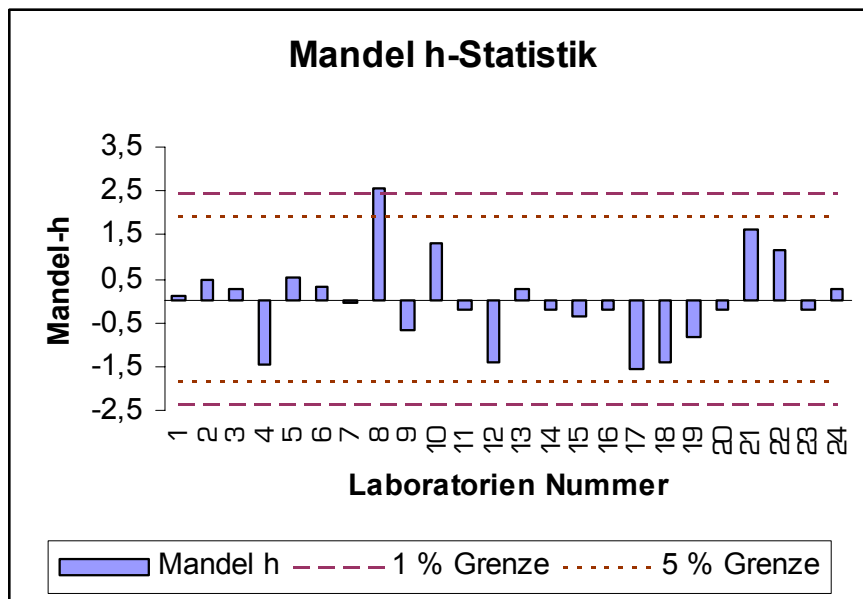


Abbildung 18: Mandel-h-Statistik-Vergleich, Nadelpenetration, Bitumen B50/70

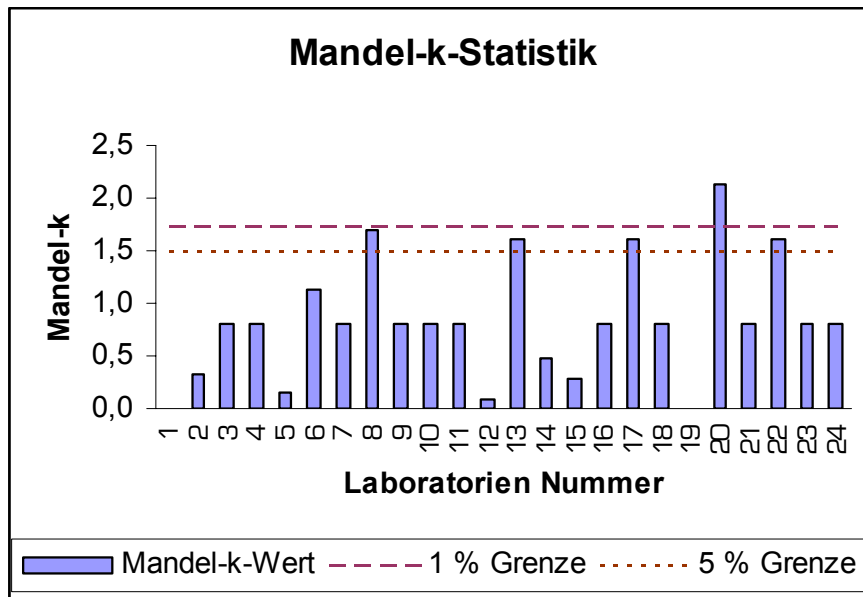


Abbildung 19: Mandel-k-Statistik-Vergleich, Nadelpenetration, Bitumen B50/70

Tabelle 8: Prüfgröße Nadelpenetration B50/70

Tabelle 8a) Messwerte, Mittelwerte und Standardabweichung

Labor	Messwerte [mm]						Mittelwert [mm]	Standardabw [mm].	Fast-/stat.- Ausreißer
	1	2	3	1	2	3			
1	54,0	54,0	54,0	54,0	54,0	55,0	54,00	0,00	
2	54,6	55,0	55,0	54,6	54,9	54,7	54,87	0,23	
3	54,0	54,0	55,0	54,0	54,0	54,0	54,33	0,58	
4	50,0	51,0	51,0	51,0	53,0	51,0	50,67	0,58	
5	55,0	55,0	54,8	55,0	54,0	54,5	54,93	0,12	
6	55,4	54,0	54,0	54,0	55,0	54,3	54,47	0,81	
7	54,0	53,0	54,0	54,0	54,0	53,0	53,67	0,58	
8	58,5	60,8	59,0	61,8	60,3	59,7	59,43	1,21	
9	52,0	52,0	53,0	53,0	53,0	52,0	52,33	0,58	
10	57,0	56,0	57,0	57,0	57,0	56,0	56,67	0,58	
11	53,0	54,0	53,0	52,0	53,0	52,0	53,33	0,58	
12	50,7	50,8	50,8	50,0	50,5	50,9	50,77	0,06	
13	55,0	55,0	53,0	55,0	55,0	54,0	54,33	1,15	
14	53,2	53,8	53,2	53,1	53,8	53,1	53,40	0,35	
15	52,8	53,0	53,2	53,1	52,9	53,0	53,00	0,20	
16	53,0	54,0	53,0	53,0	53,0	53,0	53,33	0,58	
17	51,0	51,0	49,0	49,0	49,0	49,0	50,33	1,15	
18	51,4	50,4	50,4	51,1	50,1	50,2	50,73	0,58	
19	52,0	52,0	52,0	53,0	53,0	53,0	52,00	0,00	
20	55,0	53,0	52,0	51,0	54,0	52,0	53,33	1,53	**
21	57,0	57,0	58,0	58,0	58,0	58,0	57,33	0,58	
22	55,0	57,0	57,0	57,0	57,0	57,0	56,33	1,15	
23	54,0	53,0	53,0	53,0	54,0	54,0	53,33	0,58	
24	54,0	54,0	55,0	53,0	53,0	53,0	54,33	0,58	

Tabelle 8b) Grafische Vereinbarkeitsprüfung nach Mandel

Grenzwerte für Mandel (gemäß Tabelle A-3 und Tabelle A-4):			
		1 %	5 %
Grenzwerte h		2,18	1,8
Grenzwerte k		2	1,68
Labor	Mandel h	Mandel k	mögl. Ausreißer
1	0,090	0,000	
2	0,486	0,322	
3	0,242	0,805	
4	-1,433	0,805	
5	0,517	0,161	
6	0,303	1,127	
7	-0,062	0,805	
8	2,573	1,687	*
9	-0,672	0,805	
10	1,309	0,805	
11	-0,215	0,805	
12	-1,387	0,080	
13	0,242	1,610	*
14	-0,184	0,483	
15	-0,367	0,279	
16	-0,215	0,805	
17	-1,585	1,610	*
18	-1,403	0,805	
19	-0,824	0,000	
20	-0,215	2,130	*
21	1,613	0,805	
22	1,156	1,610	*
23	-0,215	0,805	
24	0,242	0,805	

Tabelle 8c) Numerische Ausreißertests

Prüfgröße		Grenzwerte für das Signifikanzniveau:	
		5 %	1 %
C	0,189	0,149	0,176
G _p	2,573	2,802	3,112
G	0,564	0,4994	0,4234
G ₁	1,585	2,802	3,112
G ₂	0,783	0,4994	0,4234

Tabelle 8d) Numerischer Ausreißertest ohne Laboratorium 20

Prüfgröße		Grenzwerte für das Signifikanzniveau:	
		5%	1%
C	0,146	0,149	0,176
G _p	2,510	2,802	3,112
G	0,565	0,4994	0,4234
G ₁	1,561	2,802	3,112
G ₂	0,779	0,4994	0,4234

Ermittlung der Präzisionskennwerte

Mit Hilfe der Formeln aus Kapitel 5.8 werden nun die Wiederholvarianz (Gleichung 49), die Varianz zwischen den Labors (Gleichung 50), die Vergleichvarianz (Gleichung 53) sowie der Gesamtmittelwert (Gleichung 48) des jeweiligen Merkmalsniveaus berechnet. Die Standardabweichung ist die positive Quadratwurzel der Varianz. Es wurden folgende Werte ermittelt:

- Gesamtmittelwert $m = 53,82 \text{ mm}$
- Wiederholstandardabweichung $s_r = 0,66 \text{ mm}$
- Abweichung zw. Labors $s_L = 2,22 \text{ mm}$
- Vergleichstandardabweichung $s_R = 2,31 \text{ mm}$

Wie in Kapitel 5.10 angegeben, kann die Vergleichstandardabweichung eines Ringversuches für die Angabe der Messunsicherheit herangezogen werden. Die Messunsicherheit für die Nadelpenetration beträgt 4,3 % vom Gesamtmittelwert der gemessenen Eindringtiefe.

8.2.2 Messunsicherheitsermittlung für Bitumen PmB 45

Die Messergebnisse für die Bitumensorte Pmb 45 sind in der Tabelle 9a zusammengestellt. Weiters enthalten diese Tabellen jeweils die Ergebnisse der grafischen Vereinbarkeitsprüfung nach Mandel (Tabelle 9b) und die numerischen Ausreißertests (Tabelle 9c bzw. Tabelle 9d).

Anwendung der Mandel-h- und Mandel-k-Statistik

Bei der Bitumensorte PmB 45 liefert der h-Wert (Gleichung 34) für das Laboratorium 4 einen möglichen Ausreißer. Das Laboratorium 20 liefert einen sehr hohen k-Wert (Gleichung 35).

Die Grenzwerte für Mandel-k und Mandel-h werden Tabelle A-3 für 1 % des Signifikanzniveaus und Tabelle A-4 für 5 % des Signifikanzniveaus entnommen. Die 5 % Grenze beschreibt ein Vertrauensniveau von 95 %. Während bei Überschreitung der 1 % Grenze mit einer Wahrscheinlichkeit von 99 % damit zu rechnen ist, dass es sich um einen möglichen Ausreißer handelt.

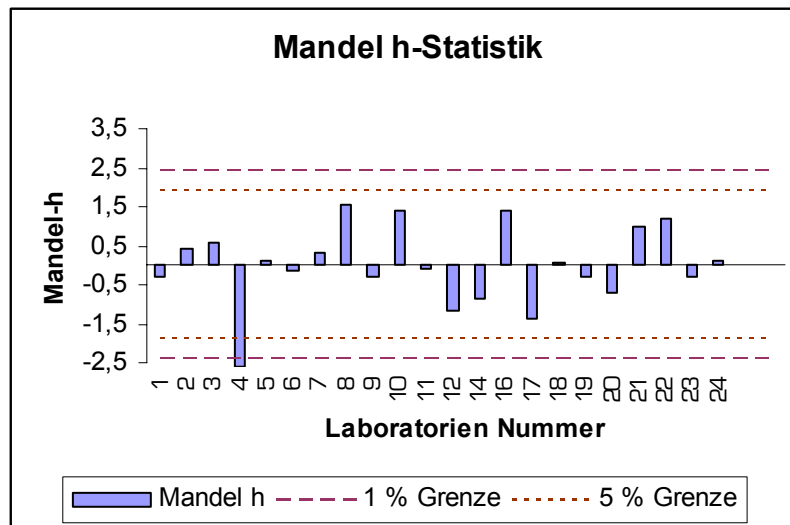


Abbildung 20: Mandel-h-Statistik-Vergleich, Nadelpenetration, Bitumen PmB 45

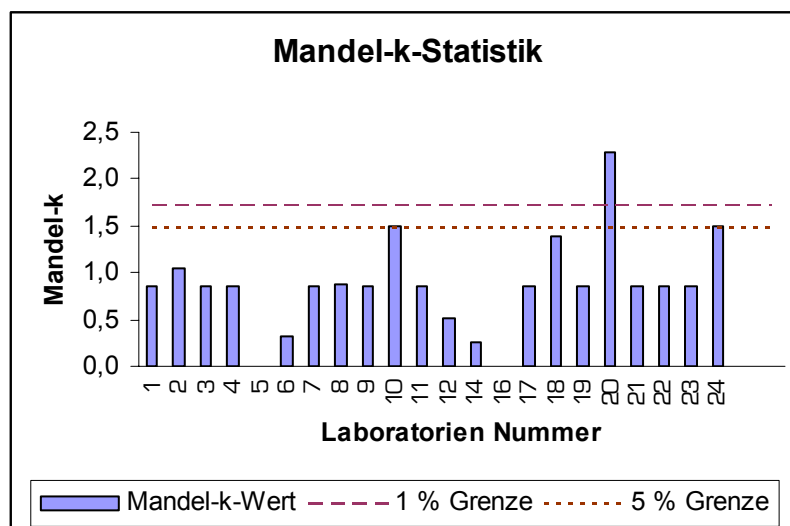


Abbildung 21: Mandel-k-Statistik-Vergleich, Nadelpenetration, Bitumen PmB 45

Anwendung der Tests nach Cochran und Grubbs

Nach Analyse des Cochran-Tests (Gleichung 36) wird entschieden, die Messergebnisse von Laboratorium 20 für die weitere Berechnung nicht mehr zu verwenden (siehe Tabelle 9). Die errechnete Standardabweichung von Laboratorium Nummer 20 beträgt 1,53. Die Prüfgröße C (nach Gleichung 36) ergibt einen Wert von 0,236 (siehe Tabelle 9c), diese Prüfgröße ist größer als die beiden Grenzwerte (siehe Tabelle A-1). Eine Anwendung des Cochran-Tests auf die restlichen Ergebnisse zeigte keine Ausreißer (siehe Tabelle 9d).

Entsprechend Kapitel 5.7.2 wird der Grubbs-Test ebenfalls angewendet. Der Test wird auf den größten (Gleichung 37) bzw. dem kleinsten Mittelwert (Gleichung 40) der Messwertreihe sowie auf die beiden kleinsten (Gleichung 45) bzw. größten Mittelwerte (Gleichung 41) einer Prüfreihe angewendet. Die Prüfgröße G_p überprüft den größten Mittelwert einer Messwertreihe und gemäß Gleichung 37 berechnet. Die Prüfgröße G wurde nach Gleichung 41 berechnet und bezieht sich darauf, ob die beiden größten

Mittelwerte einer Messwertreihe mögliche Ausreißer sind. Für die Überprüfung des kleinsten Mittelwertes einer Messwertreihe wird die Prüfgröße G_1 (Gleichung 40) berechnet. Die Prüfgröße G_2 (Gleichung 45) wird für die Überprüfung der beiden kleinsten Mittelwerte einer Messwertreihe auf mögliche Ausreißer eingesetzt. Die jeweiligen Grenzwerte sind der Tabelle A-2 entnommen. Die einzelnen Grubbs-Tests ergaben keine Ausreißer (siehe Tabelle 9c bzw. Tabelle 9d)

Tabelle 9: Prüfgröße Nadelpenetration PmB 45

Tabelle 9a) Messwerte, Mittelwerte und Standardabweichung

Labor	Messwerte [mm]						Mittelwert [mm]	Standardabw. [mm]	Fast-/stat.- Ausreißer
	1	2	3	1	2	3			
1	44,0	44,0	45,0	45,0	45,0	45,0	44,33	0,58	
2	45,3	46,2	44,8	46,3	44,9	45,4	45,43	0,71	
3	46,0	46,0	45,0	46,0	46,0	45,0	45,67	0,58	
4	40,0	41,0	41,0	42,0	42,0	42,0	40,67	0,58	
5	45,0	45,0	45,0	45,0	46,0	45,5	45,00	0,00	
6	44,4	44,8	44,5	44,5	44,9	44,5	44,57	0,21	
7	45,0	46,0	45,0	45,0	45,0	45,0	45,33	0,58	
8	46,6	47,5	47,7	47,6	47,0	46,7	47,27	0,59	
9	44,0	45,0	44,0	44,0	44,0	44,0	44,33	0,58	
10	48,0	47,0	46,0	46,0	47,0	46,0	47,00	1,00	
11	45,0	45,0	44,0	43,0	44,0	44,0	44,67	0,58	
12	43,3	43,0	42,6	43,6	43,2	42,8	42,97	0,35	
14	43,5	43,5	43,2	44,2	43,9	43,5	43,40	0,17	
16	47,0	47,0	47,0	47,0	47,0	47,0	47,00	0,00	
17	43,0	42,0	43,0	42,0	42,0	42,0	42,67	0,58	
18	43,8	45,3	45,5	43,9	44,0	44,2	44,87	0,93	
19	44,0	45,0	44,0	44,0	44,0	45,0	44,33	0,58	
20	42,0	44,0	45,0	42,0	45,0	43,0	43,67	1,53	**
21	46,0	46,0	47,0	47,0	48,0	47,0	46,33	0,58	
22	47,0	47,0	46,0	45,0	44,0	44,0	46,67	0,58	
23	45,0	44,0	44,0	44,0	43,0	44,0	44,33	0,58	
24	45,0	46,0	44,0	45,0	45,0	46,0	45,00	1,00	

Tabelle 9b) Grafische Vereinbarkeitsprüfung nach Mandel

Grenzwerte für Mandel (gemäß Tabelle A-3 und Tabelle A-4):			
		1 %	5 %
Grenzwerte h		2,18	1,8
Grenzwerte k		2	1,68
Labor	Mandel h	Mandel k	mögl. Ausreißer
1	-0,293	0,860	
2	0,404	1,057	
3	0,552	0,860	
4	-2,616	0,860	*
5	0,130	0,000	
6	-0,145	0,310	
7	0,341	0,860	
8	1,566	0,873	
9	-0,293	0,860	
10	1,397	1,490	
11	-0,082	0,860	
12	-1,159	0,523	
14	-0,884	0,258	
16	1,397	0,000	
17	-1,349	0,860	
18	0,045	1,385	
19	-0,293	0,860	
20	-0,715	2,276	*
21	0,974	0,860	
22	1,186	0,860	
23	-0,293	0,860	
24	0,130	1,490	*

Tabelle 9c) Numerischer Ausreißertest

Prüfgröße		Grenzwerte für das Signifikanzniveau:	
		5 %	1 %
C	0,236	0,16	0,189
G _p	1,566	2,758	3,06
G	0,769	0,471	0,3927
G ₁	2,616	2,758	3,06
G ₂	0,550	0,471	0,3927

Tabelle 9d) Numerischer Ausreißertest ohne Laboratorium 20

Prüfgröße		Grenzwerte für das Signifikanzniveau:	
		5 %	1 %
C	0,132	0,160	0,189
G _p	1,514	2,758	3,060
G	0,773	0,471	0,393
G ₁	2,620	2,758	3,060
G ₂	0,521	0,471	0,393

Ermittlung der Präzisionskennwerte

Mit Hilfe der Formeln aus Kapitel 5.8 werden nun die Wiederholvarianz (Gleichung 49), die Varianz zwischen den Labors (Gleichung 50), die Vergleichsvarianz (Gleichung 53) sowie der Gesamtmittelwert (Gleichung 48) des jeweiligen Merkmalsniveaus berechnet. Die Standardabweichung ist die positive Quadratwurzel der Varianz. Es wurden folgende Werte ermittelt:

- Gesamtmittelwert $m = 44,85 \text{ mm}$
- Wiederholstandardabweichung $s_r = 0,60 \text{ mm}$
- Abweichung zw. Labors $s_L = 1,58 \text{ mm}$
- Vergleichstandardabweichung $s_R = 1,69 \text{ mm}$

Wie in Kapitel 5.10 angegeben, kann die Vergleichstandardabweichung eines Ringversuches für die Angabe der Messunsicherheit herangezogen werden. Die Messunsicherheit für die Nadelpenetration beträgt 3,76 % des Gesamtmittelwertes der gemessenen Eindringtiefe.

8.2.3 Vergleich der beiden Bitumensorten bezüglich Vergleichspräzision

Wie in Abbildung 22 zu erkennen ist, ist der Anteil der Vergleichspräzision zur gemessenen Eindringtiefe eher gering. Bei einem härteren Bitumen ist die Messunsicherheit etwas geringer als bei einem weicheren Bitumen. Für eine funktionale Beziehung zwischen der Vergleichspräzision und der gemessenen Eindringtiefe kann aufgrund der wenigen Daten kein Zusammenhang hergestellt werden.

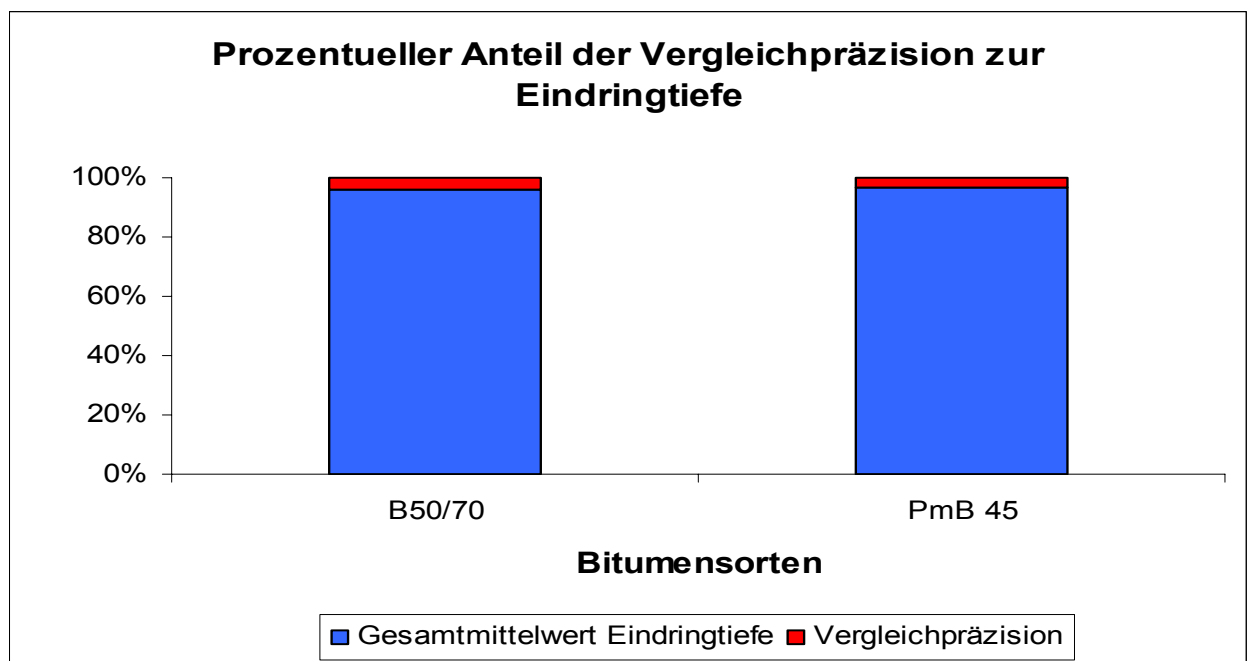


Abbildung 22: Nadelpenetration, prozentueller Anteil der Vergleichspräzision am Gesamtmittelwert der Eindringtiefe.

8.3 Dynamischer Scherrheometer (DSR)

Das Labor führte im Rahmen der Arbeitsgemeinschaft der Bitumen-Industrie im Jahre 2005 eine Ringanalyse mit diesem Verfahren durch. Der Schermodul G^* und der Phasenverschiebungswinkel δ wurden bei einer Temperatur von 50 °C und 60 °C ermittelt. Als Material wurden die Bitumensorten B50/70 und PmB 45 verwendet. An dem Ringversuch nahmen insgesamt 24 europäische Laboratorien teil, wobei nur an 10 Versuchsanstalten der DSR-Versuch durchgeführt wurde. Für diesen Versuch existiert daher keine durchgehende Nummerierung der Labors.

Es wurden in jedem Labor drei Wiederholmessungen an dem Bitumen B50/70 und dem Bitumen PmB 45 zur Bestimmung des komplexen Schermoduls G^* und des Phasenverschiebungswinkels δ durchgeführt, nur Laboratorium Nummer 16 führte bei dem Bitumen B50/70 bei einer Temperatur von 60 °C nur zwei Wiederholungen durch.

Mit Hilfe der im Kapitel 5.6 und Kapitel 5.7 beschriebenen Vereinbarkeitsprüfungen und der numerischen Ausreißertests werden die ermittelten Ergebnisse auf eventuelle Ausreißer überprüft.

Die Grenzwerte für Mandel-k und Mandel-h werden Tabelle A-3 für 1 % des Signifikanzniveaus und Tabelle A-4 für 5 % des Signifikanzniveaus entnommen.

Die möglichen Ausreißer nach der Mandel-h- bzw. Mandel-k-Statistik werden mit Hilfe der numerischen Ausreißertests weiter überprüft (siehe Anwendung der Tests nach Cochran und Grubbs).

In Tabelle 10 bis Tabelle 13 und Tabelle 15 bis Tabelle 18 werden die einzelnen Prüfgrößen der numerischen Ausreißertests gemäß Kapitel 5.7 und die errechneten k- und h-Werte gemäß Kapitel 5.6 ausgewiesen. In den einzelnen Tabellen sind jeweils für den komplexen Schermodul und den Phasenverschiebungswinkel die einzelnen Prüfgrößen aufgelistet.

8.3.1 Messunsicherheitsermittlung für die Bitumensorte B50/70

Die Messergebnisse für die Bitumensorte B50/70 bei 50 °C sind in der Tabelle 10a (Schermodul) und Tabelle 11a (Phasenwinkel) zusammengestellt. Weiters enthalten diese Tabellen jeweils die Ergebnisse der grafischen Vereinbarkeitsprüfung nach Mandel (Tabelle 10b bzw. Tabelle 11b) und die numerischen Ausreißertests (Tabelle 10c bzw. Tabelle 11c). Die Messergebnisse und Auswertungen für die Prüfung bei 60 °C sind analog in den Tabelle 12a-c (Schermodul) und Tabelle 13a-c (Phasenwinkel) dargestellt.

Anwendung der Mandel-h- und Mandel-k-Statistik

Zuerst werden für die grafische Vereinbarkeitsprobe die k- und h-Werte berechnet (Gleichung 34 und Gleichung 35). Durch die grafische Darstellung können auf den ersten Blick eventuelle Ausreißer erkannt und mit den numerischen Ausreißertests weiter verfolgt werden (siehe Anwendung der Tests nach Cochran und Grubbs). Die errechneten Werte von Mandel-h und Mandel-k für den komplexen Schermodul und den Phasenverschiebungswinkel bei einer Prüftemperatur von 50 °C sind in Abbildung 23 und Abbildung 24 dargestellt. Die errechneten Werte sind den entsprechenden Tabellen zu entnehmen (siehe Tabelle 10b bzw. Tabelle 11b bzw. Tabelle 12b bzw. Tabelle 13b).

In Abbildung 23 ist zu erkennen, dass Laboratorium Nummer 16 für den komplexen Schermodul einen hohen Ermittlungswert von 1,925 liefert. Für den Phasenwinkel erkennt man, dass Laboratorium Nummer 20 die Grenzwerte der Indikatorenlinien überschreitet (siehe Abbildung 23).

Laboratorium Nummer 17 weist eine sehr hohe Streuung zwischen den wiederholten Messungen für den komplexen Schermodul und den Phasenverschiebungswinkel auf (siehe Abbildung 24). Der errechnete k-Wert für Laboratorium 17 beträgt 1,702 für den komplexen Schermodul (siehe Tabelle 10b) und 2,139 für den Phasenverschiebungswinkel (siehe Tabelle 11b).

Bei einer Prüftemperatur von 60 °C wird die 5 % Grenze von Laboratorium Nummer 16 überschritten (siehe Abbildung 25). Der errechnete k-Wert für Laboratorium Nummer 16 überschreitet die Grenzwerte der Indikatorenlinien (siehe Abbildung 26).

Die angeführten Grenzwerte für Mandel-k und Mandel-h beziehen sich auf ein Signifikanzniveau von 1 % und 5 %.

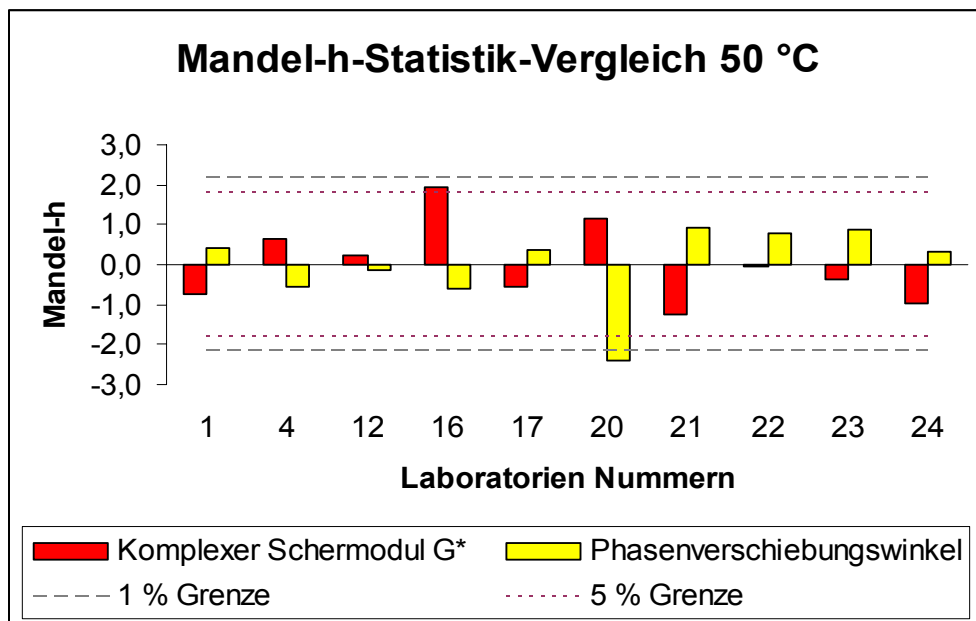


Abbildung 23: Mandel-h-Vergleich für DSR bei einer Prüftemperatur von 50 °C für die Bitumensorte B50/70

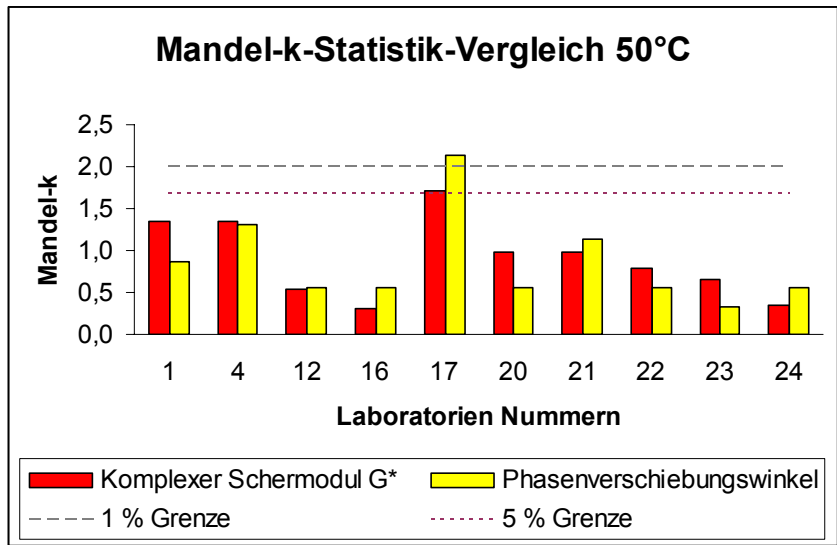


Abbildung 24: Mandel-k-Vergleich für DSR bei einer Prüftemperatur von 50 °C für die Bitumensorte B50/70

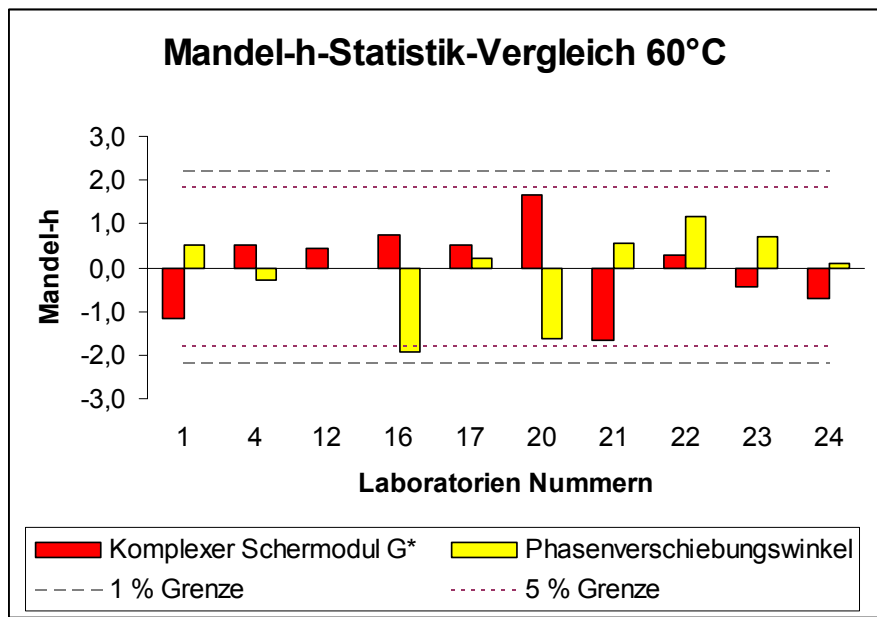


Abbildung 25: Mandel-h-Vergleich für DSR bei einer Prüftemperatur von 60 °C für die Bitumensorte B50/70

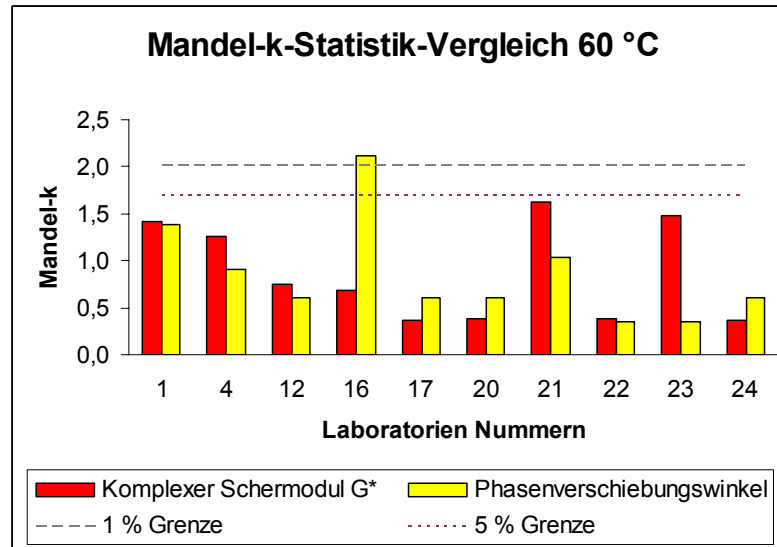


Abbildung 26: Mandel-k-Vergleich für DSR bei einer Prüftemperatur von 60 °C für die Bitumensorte B50/70

Anwendung der Tests nach Cochran und Grubbs

Die Prüfgröße C wurde nach Gleichung 36 berechnet und wird in Tabelle 10c bzw. Tabelle 11c angeführt. Die entsprechenden Grenzwerte werden Tabelle A-1 entnommen.

Entsprechend Kapitel 5.7.2 wird der Grubbs-Test ebenfalls angewendet. Der Test wird auf den größten (Gleichung 37) bzw. dem kleinsten Mittelwert (Gleichung 40) der Messwertreihe sowie auf die beiden kleinsten (Gleichung 45) bzw. größten Mittelwerte (Gleichung 41) einer Prüfreihe angewendet. Die Prüfgröße G_p überprüft den größten Mittelwert einer Messwertreihe und gemäß Gleichung 37 berechnet. Die Prüfgröße G wurde nach Gleichung 41 berechnet und bezieht sich darauf, ob die beiden größten Mittelwerte einer Messwertreihe mögliche Ausreißer sind. Für die Überprüfung des kleinsten Mittelwertes einer Messwertreihe wird die Prüfgröße G_1 (Gleichung 40) berechnet. Die Prüfgröße G_2 (Gleichung 45) wird für die Überprüfung der beiden kleinsten Mittelwerte einer Messwertreihe auf mögliche Ausreißer eingesetzt. Die jeweiligen Grenzwerte sind der Tabelle A-2 entnommen.

Für den komplexen Schermodul bei 50 °C ergab der Grubbs-Test für den größten Ermittlungswert von Laboratorium 16 (20040 Pa) keinen Ausreißer. Die Prüfgröße G_p ergab einen Wert von 1,925 (siehe Tabelle 10c).

Tabelle 10: Prüfgröße Komplexer Schermodul G^* für B50/70 bei 50 °C

Tabelle 10a) Messwerte, Mittelwerte und Standardabweichung

Labor	Messwerte G^* [Pa]			Mittelwert G^* [Pa]	Standardabweichung [Pa]	Fast-/stat.- Ausreißer
	1	2	3			
1	13970,4	12925,7	14218,1	13704,73	685,94	
4	16600,0	16600,0	17800,0	17000,00	692,82	
12	15689,0	16073,0	16220,0	15994,00	274,17	
16	19940,0	19960,0	20220,0	20040,00	156,20	
17	14108,0	13288,0	15032,0	14142,67	872,52	
20	18575,0	17625,0	18400,0	18200,00	505,59	
21	13102,0	12127,0	12384,0	12537,67	505,34	
22	15021,0	15394,0	15825,0	15413,33	402,35	
23	14738,0	14895,0	14255,0	14629,33	333,55	*
24	13146,0	13366,0	13013,0	13175,00	178,28	

Tabelle 10b) Grafische Vereinbarkeitsprüfung nach Mandel

Grenzwerte für Mandel (gemäß Tabelle A-3 und Tabelle A-4):			
		1 %	5 %
Grenzwerte h		2,18	1,8
Grenzwerte k		2	1,68
Labor	Mandel h	Mandel k	mögl. Ausreißer
1	-0,752	1,338	
4	0,641	1,352	
12	0,216	0,535	
16	1,925	0,305	
17	-0,567	1,702	*
20	1,148	0,986	*
21	-1,245	0,986	
22	-0,030	0,785	
23	-0,361	0,651	
24	-0,976	0,348	

Tabelle 10c) Numerische Ausreißertests

Prüfgröße		Grenzwerte für das Signifikanzniveau:	
		5 %	1 %
C	0,290	0,445	0,536
G_p	1,925	2,290	2,482
G	0,311	0,115	0,186
G_1	1,245	2,290	2,482
G_2	0,654	0,115	0,186

Tabelle 11: Prüfgröße Phasenverschiebungswinkel δ für B50/70 bei 50 °C

Tabelle 11a) Messwerte, Mittelwerte und Standardabweichung

Labor	Messwerte δ [°]			Mittelwert δ [°]	Standardabweichung [°]	Fast-/stat.-Ausreißer
	1	2	3			
1	81,9	82,2	82,1	82,07	0,15	
4	81,4	81,4	81,0	81,27	0,23	
12	81,5	81,6	81,7	81,60	0,10	
16	81,3	81,2	81,1	81,20	0,10	
17	82,2	82,3	81,6	82,03	0,38	*
20	79,6	79,8	79,7	79,70	0,10	*
21	82,3	82,5	82,7	82,50	0,20	
22	82,5	82,4	82,3	82,40	0,10	
23	82,4	82,5	82,5	82,47	0,06	
24	82,0	81,9	82,1	82,00	0,10	

Tabelle 11b) Grafische Vereinbarkeitsprüfung nach Mandel

Grenzwerte für Mandel (gemäß Tabelle A-3 und Tabelle A-4):			
		1 %	5 %
Grenzwerte h		2,18	1,8
Grenzwerte k		2	1,68
Labor	Mandel h	Mandel k	mögl. Ausreißer
1	0,404	0,863	
4	-0,538	1,305	
12	-0,145	0,565	
16	-0,616	0,565	
17	0,365	2,139	*
20	-2,382	0,565	*
21	0,914	1,130	
22	0,796	0,565	
23	0,875	0,326	
24	0,326	0,565	

Tabelle 11c) Numerische Ausreißertests

Prüfgröße		Grenzwerte für das Signifikanzniveau:	
		5 %	1 %
C	0,457	0,445	0,536
G_p	0,914	2,290	2,482
G	0,778	0,115	0,186
G_1	2,382	2,290	2,482
G_2	0,203	0,115	0,186

Für den Phasenverschiebungswinkel bei 50 °C hat Laboratorium Nummer 17 die maximale Standardabweichung von 0,38 (siehe Tabelle 11a). Die Prüfgröße C ergibt einen Wert von 0,457 (siehe Tabelle 11c). Durch den Vergleich mit den Grenzwerten nach Tabelle A-1 handelt es sich um einen Fastausreißer (0,457 ist größer als 0,445 - Grenzwert von 5 % aber kleiner als 0,536 - Grenzwert von 1 %). Der Grubbs-Test,

angewendet auf das niedrigste Ermittlungsergebnis, ergab für Laboratorium Nummer 20 einen Fastausreißer. Der gemessene Wert betrug 79,7° (siehe Tabelle 11a). Die Prüfgröße G_1 ergab einen Wert von 2,382 (siehe Tabelle 11c). Dieser Wert ist größer als der Grenzwert 2,29 für 5 % des Signifikanzniveaus (siehe Tabelle A-2) aber kleiner als der Grenzwert 2,482 für 1 % des Signifikanzniveaus (siehe Tabelle A-2). Für den komplexen Schermodul G^* bei 60 °C wurden keine Ausreißer festgestellt (siehe Tabelle 12c).

Tabelle 12: Prüfgröße Komplexer Schermodul G^* für B50/70 bei 60 °C

Tabelle 12a) Messwerte, Mittelwerte und Standardabweichung

Labor	Messwerte G^* [Pa]			Mittelwert G^* [Pa]	Standardabweichung [Pa]	Fast-/stat.- Ausreißer
	1	2	3			
1	2927,2	3114,5	3246,7	3096,13	160,54	
4	3710,0	3720,0	3960,0	3796,67	141,54	
12	3838,0	3786,0	3671,0	3765,00	85,46	
16	3940,0	3830,0		3885,00	77,78	
17	3775,0	3779,0	3849,0	3801,00	41,62	
20	4257,0	4330,0	4252,0	4279,67	43,66	
21	2683,0	2951,0	3033,0	2889,00	183,05	
22	3654,2	3728,2	3729,2	3703,87	43,02	
23	3389,0	3246,0	3581,0	3405,33	168,10	
24	3331,0	3256,0	3265,0	3284,00	40,95	

Tabelle 12b) Grafische Vereinbarkeitsprüfung nach Mandel

Grenzwerte für Mandel (gemäß Tabelle A-3 und Tabelle A-4):			
		1 %	5 %
Grenzwerte h		2,18	1,8
Grenzwerte k		2	1,68
Labor	Mandel h	Mandel k	mögl. Ausreißer
1	-1,164	1,418	
4	0,520	1,251	
12	0,444	0,755	
16	0,732	0,687	
17	0,530	0,368	
20	1,681	0,386	*
21	-1,662	1,617	
22	0,297	0,380	
23	-0,421	1,485	
24	-0,713	0,362	

Tabelle 12c) Numerische Ausreißertests

Prüfgröße		Grenzwerte für das Signifikanzniveau:	
		5 %	1 %
C	0,262	0,536	0,445
G ₀	1,657	2,290	2,482
G	0,562	0,115	0,186
G ₁	1,687	2,290	2,482
G ₂	0,412	0,115	0,186

Tabelle 13: Prüfgröße Phasenverschiebungswinkel δ für B50/70 bei 60 °C

Tabelle 13a) Messwerte, Mittelwerte und Standardabweichung

Labor	Messwerte δ [°]			Mittelwert δ [°]	Standardabweichung [°]	Fast-/stat.-Ausreißer
	1	2	3			
1	85,9	85,9	85,5	85,77	0,23	
4	85,2	85,1	84,9	85,07	0,15	
12	85,3	85,4	85,2	85,30	0,10	
16	83,4	83,9		83,65	0,35	*
17	85,6	85,5	85,4	85,50	0,10	
20	84,0	83,9	83,8	83,90	0,10	*
21	85,9	85,6	85,9	85,80	0,17	
22	86,4	86,3	86,3	86,33	0,06	
23	85,9	85,9	86,0	85,93	0,06	
24	85,3	85,5	85,4	85,40	0,10	

Tabelle 13b) Grafische Vereinbarkeitsprüfung nach Mandel

Grenzwerte für Mandel (gemäß Tabelle A-3 und Tabelle A-4):			
		1 %	5 %
Grenzwerte h		2,18	1,8
Grenzwerte k		2	1,68
Labor	Mandel h	Mandel k	mögl. Ausreißer
1	0,515	1,384	
4	-0,293	0,916	
12	-0,024	0,599	
16	-1,930	2,119	
17	0,207	0,599	
20	-1,641	0,599	
21	0,554	1,038	
22	1,170	0,346	
23	0,708	0,346	
24	0,092	0,599	

Tabelle 13c) Numerische Ausreißertests

Prüfgröße		Grenzwerte für das Signifikanzniveau:	
		5 %	1 %
C	0,449	0,445	0,536
G_p	1,237	2,290	2,482
G	0,707	0,115	0,186
G_1	1,870	2,290	2,482
G_2	0,168	0,115	0,186

Bei 60 °C liefert Laboratorium 16 für den Phasenverschiebungswinkel eine Standardabweichung von 0,35, eine Prüfgröße C von 0,449 (siehe Tabelle 13c) und somit einen Fastausreißer. Weiters wurden die beiden Labors 16 und 20 mit den beiden niedrigsten Ermittlungswerten für den Phasenwinkel als Fastausreißer gekennzeichnet. Laboratorium Nummer 16 lieferte ein Ermittlungsergebnis von 83,65° und Laboratorium Nummer 20 lieferte ein Wert von 83,9° (siehe Tabelle 13a). Die Prüfgröße nach Grubbs G_2 ergab einen Wert von 0,168 (siehe Tabelle 13c), und diese ist kleiner als der Grenzwert (0,186) für 5 % des Signifikanzniveaus aber größer als der Grenzwert (0,115) für 1 % des Signifikanzniveaus.

Ermittlung der Präzisionskennwerte

Mit Hilfe der Formeln aus Kapitel 5.8 werden nun die Wiederholvarianz (Gleichung 49), die Varianz zwischen den Labors (Gleichung 50), die Vergleichvarianz (Gleichung 53) sowie der Gesamtmittelwert (Gleichung 48) des jeweiligen Merkmalsniveaus berechnet. Die Standardabweichung ist die positive Quadratwurzel der Varianz. Für das Bitumen B50/70 ergibt die Anwendung der ISO 5725 folgende Abweichungen:

Komplexer Schermodul G^* bei 50 °C:

- Gesamtmittelwert $m =$ 15483,67 Pa
- Wiederholstandardabweichung $s_r =$ 512,57 Pa
- Abweichung zw. Labors $s_L =$ 2347,972 Pa
- Vergleichstandardabweichung $s_R =$ 2403,268 Pa

Phasenverschiebungswinkel δ bei 50 °C:

- Gesamtmittelwert $m =$ 81,72°
- Wiederholstandardabweichung $s_r =$ 0,18°
- Abweichung zw. Labors $s_L =$ 0,84°
- Vergleichstandardabweichung $s_R =$ 0,86°

Für den komplexen Schermodul und den Phasenverschiebungswinkel bei 60 °C wurden ebenfalls die einzelnen Standardabweichungen und die Gesamtmittelwerte berechnet:

Komplexer Schermodul G^* bei 60 °C

- Gesamtmittelwert $m =$ 3580,41 Pa
- Wiederholstandardabweichung $s_r =$ 114,74 Pa
- Abweichung zw. Labors $s_L =$ 413,69 Pa
- Vergleichstandardabweichung $s_R =$ 429,31 Pa

Phasenverschiebungswinkel δ bei 60 °C

- Gesamtmittelwert $m = 85,32^\circ$
- Wiederholstandardabweichung $s_r = 0,15^\circ$
- Abweichung zw. Labors $s_L = 0,81^\circ$
- Vergleichstandardabweichung $s_R = 0,83^\circ$

Wie in Kapitel 5.10 angegeben, kann die Vergleichstandardabweichung eines Ringversuches für die Angabe der Messunsicherheit herangezogen werden. Bei der Bestimmung des Phasenwinkels bei 50 °C beträgt die Messunsicherheit 1,05 % vom Gesamtmittelwert, für den komplexen Schermodul 15,52 % vom Gesamtmittelwert. Bei der Bestimmung des Phasenwinkels bei 60 °C beträgt die Messunsicherheit 0,96 % vom Gesamtmittelwert, für den komplexen Schermodul 11,99 % vom Gesamtmittelwert.

Tabelle 14: Komplexer Schermodul, Phasenverschiebungswinkel, Vergleichspräzision

	Schermodul G^* [Pa]	Phasenwinkel δ [°]	Vergleichspräzision für G^* [%]	Vergleichspräzision für δ [%]
50 °C	15483,6	81,72	15,52	1,05
60 °C	3580,4	85,32	11,99	0,96

8.3.2 Messunsicherheitsermittlung für die Bitumensorte PmB 45

Die Messergebnisse für die Bitumensorte PmB 45 bei 50 °C sind in der Tabelle 15a (Schermodul) und Tabelle 16a (Phasenwinkel) zusammengestellt. Weiters enthalten diese Tabellen jeweils die Ergebnisse der grafischen Vereinbarkeitsprüfung nach Mandel (Tabelle 15b bzw. Tabelle 16c) und die numerischen Ausreißertests (Tabelle 15c bzw. Tabelle 16c). Die Messergebnisse und Auswertungen für die Prüfung bei 60 °C sind analog in den Tabelle 17a-d (Schermodul) und Tabelle 18a-d (Phasenwinkel) dargestellt.

Anwendung der Mandel-h- und Mandel-k-Statistik

Zuerst werden für die grafische Vereinbarkeitsprobe die k- und h-Werte berechnet (Gleichung 34 und Gleichung 35). Durch die grafische Darstellung können auf den ersten Blick eventuelle Ausreißer erkannt und mit den numerischen Ausreißertests weiter verfolgt werden (siehe Anwendung der Tests nach Cochran und Grubbs). Die errechneten Werte von Mandel-h und Mandel-k für den komplexen Schermodul und den Phasenverschiebungswinkel bei einer Prüftemperatur von 50 °C sind in Abbildung 27 und Abbildung 28 dargestellt. Die entsprechenden Mandel-h und Mandel-k Werte für eine Prüftemperatur von 60 °C sind in Abbildung 29 und Abbildung 30 dargestellt.

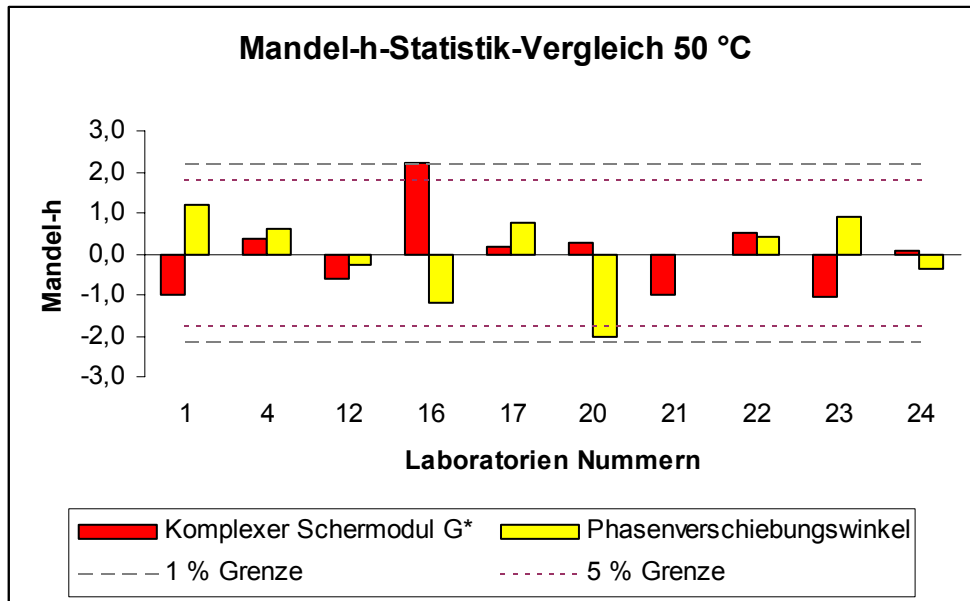


Abbildung 27: Mandel-h-Vergleich für DSR bei einer Prüftemperatur von 50 °C, für die Bitumensorte PmB 45

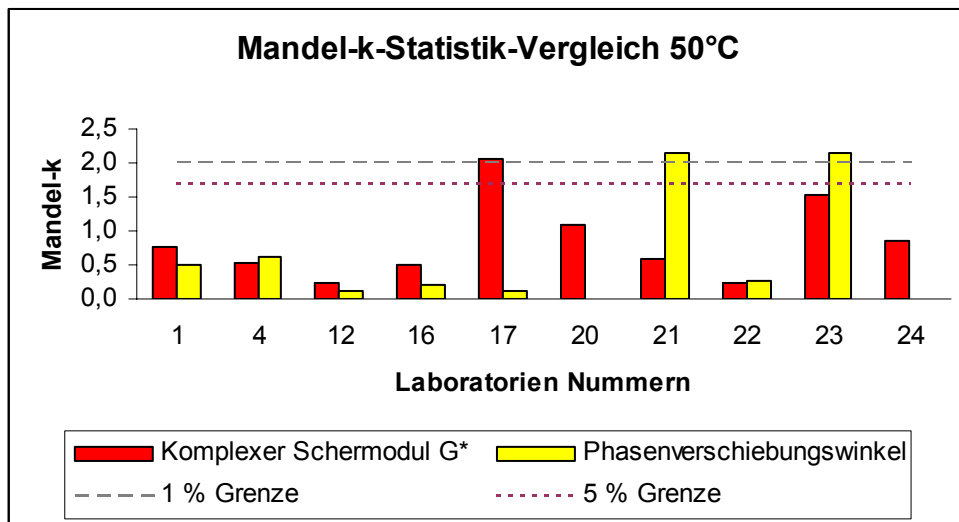


Abbildung 28: Mandel-k-Vergleich für DSR bei einer Prüftemperatur von 50 °C, für die Bitumensorte PmB 45

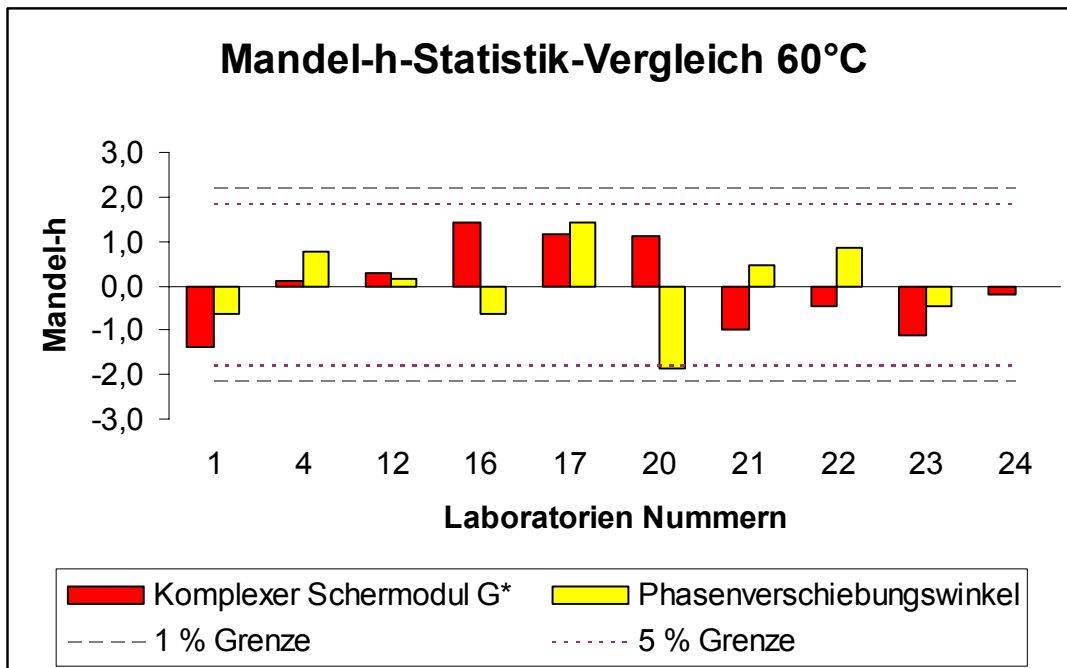


Abbildung 29: Mandel-h-Vergleich für DSR bei einer Prüftemperatur von 60 °C, für die Bitumensorte PmB 45

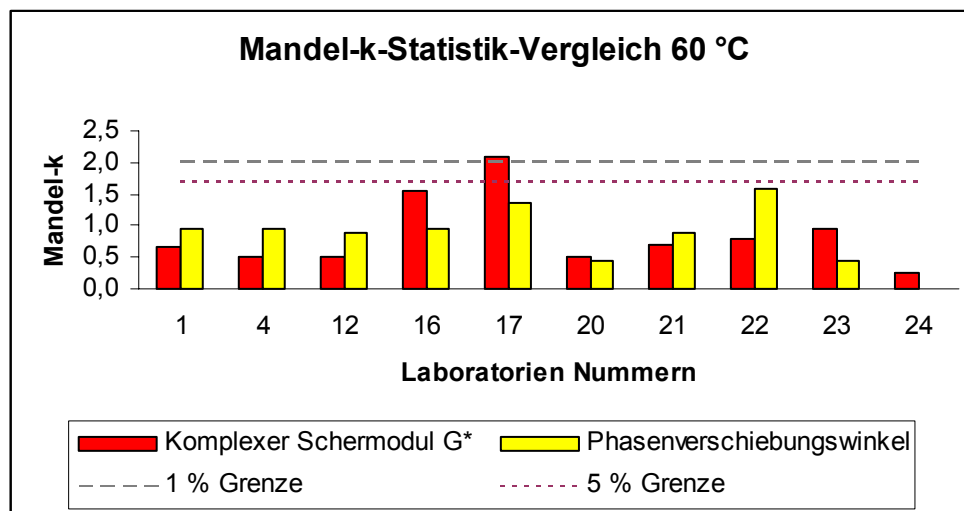


Abbildung 30: Mandel-k-Vergleich für DSR bei einer Prüftemperatur von 60 °C, für die Bitumensorte PmB 45

Anwendung der Tests nach Cochran und Grubbs

Entsprechend Kapitel 5.7.2 wird der Grubbs-Test angewendet. Der Test wird auf den größten (Gleichung 37) bzw. dem kleinsten Mittelwert (Gleichung 40) der Messwertreihe sowie auf die beiden kleinsten (Gleichung 45) bzw. größten Mittelwerte (Gleichung 41) einer Prüfreihe angewendet. Die Prüfgröße G_p überprüft den größten Mittelwert einer Messwertreihe und gemäß Gleichung 37 berechnet. Die Prüfgröße G wurde nach Gleichung 41 berechnet und bezieht sich darauf, ob die beiden größten Mittelwerte einer Messwertreihe mögliche Ausreißer sind. Für die Überprüfung des

kleinsten Mittelwertes einer Messwertreihe wird die Prüfgröße G_1 (Gleichung 40) berechnet. Die Prüfgröße G_2 (Gleichung 45) wird für die Überprüfung der beiden kleinsten Mittelwerte einer Messwertreihe auf mögliche Ausreißer eingesetzt. Die jeweiligen Grenzwerte sind der Tabelle A-2 entnommen.

Die numerische Ausreißerprüfung ergab für den komplexen Schermodul G^* bei 50 °C keine Ausreißer (siehe Tabelle 15).

Die Prüfgröße C nach Cochran ergab für die Messung des Phasenverschiebungswinkels δ bei 50 °C einen Fastausreißer (siehe Tabelle 16c). Die beiden Laboratorien 21 und 23 wurden entsprechend gekennzeichnet (siehe Tabelle 16a).

Für den komplexen Schermodul wurden bei einer Temperatur von 60 °C keine Ausreißer festgestellt (siehe Tabelle 17c).

Für den Phasenverschiebungswinkel von 76,27° bei 60 °C liefert Labor 23 eine Standardabweichung von 1,5 (siehe Tabelle 18a). Die Prüfgröße C des Cochran-Tests liefert einen Wert von 0,836 (Tabelle 18c). Durch den Vergleich mit den Grenzwerten ergab dies einen statistischen Ausreißer. Da bei diesem Verfahren sowohl der komplexe Schermodul als auch der Phasenverschiebungswinkel mit einer Messung gemessen werden, werden beide Messwerte von Laboratorium 23 für die weitere Auswertung nicht mehr berücksichtigt. Bei einer nochmaligen Überprüfung auf eventuelle Ausreißer zeigte sich, dass die Messergebnisse des Laboratoriums 17 für den komplexen Schermodul einen Fastausreißer darstellen (Tabelle 17d).

Tabelle 15: Prüfgröße komplexer Schermodul G^* für PmB 45 bei 50 °C

Tabelle 15a) Messwerte, Mittelwerte und Standardabweichung

Labor	Messwerte G^* [Pa]			Mittelwert G^* [Pa]	Standardabweichung [Pa]	Fast-/stat.- Ausreißer
	1	2	3			
1	19967,4	20931,6	21061,9	20653,63	597,86	
4	24500,0	25200,0	25200,0	24966,67	404,15	
12	22199,0	21929,0	21852,0	21993,33	182,23	
16	30880,0	31440,0	30700,0	31006,67	385,92	
17	25165,0	25592,0	22656,0	24471,00	1586,27	
20	23830,0	25010,0	25460,0	24766,67	841,80	
21	20429,0	20313,0	21153,0	20631,67	455,20	
22	25669,9	25430,9	25307,2	25469,33	184,38	
23	21926,0	19787,0	19973,0	20562,00	1184,91	
24	24695,0	23437,0	24386,0	24172,67	655,57	

Tabelle 15b) Grafische Vereinbarkeitsprüfung nach Mandel

Grenzwerte für Mandel (gemäß Tabelle A-3 und Tabelle A-4):			
		1 %	5 %
Grenzwerte h		2,18	1,8
Grenzwerte k		2	1,68
Labor	Mandel h	Mandel k	mögl. Ausreißer
1	-1,010	0,772	
4	0,345	0,522	
12	-0,589	0,235	
16	2,242	0,498	
17	0,189	2,047	
20	0,282	1,087	*
21	-1,017	0,588	
22	0,502	0,238	
23	-1,039	1,529	
24	0,095	0,846	

Tabelle 15c) Numerische Ausreißertests

Prüfgröße		Grenzwerte für das Signifikanzniveau:	
		5 %	1 %
C	0,419	0,445	0,536
G _p	2,242	2,290	2,482
G	0,309	0,115	0,186
G ₁	1,039	2,290	2,482
G ₂	0,707	0,115	0,186

Tabelle 16: Prüfgröße Phasenverschiebungswinkel δ für PmB 45 bei 50 °C

Tabelle 16a) Messwerte, Mittelwerte und Standardabweichung

Labor	Messwerte δ [°]			Mittelwert δ [°]	Standardabweichung [°]	Fast-/stat.-Ausreißer
	1	2	3			
1	72,7	73,1	72,7	72,83	0,23	
4	72,6	72,1	72,1	72,27	0,29	
12	71,4	71,5	71,4	71,43	0,06	
16	70,6	70,5	70,4	70,50	0,10	
17	72,4	72,4	72,5	72,43	0,06	
20	69,7	69,7	69,7	69,70	0,00	
21	70,5	72,1	72,3	71,63	0,99	*
22	72,0	72,2	72,0	72,07	0,12	
23	71,9	72,1	73,7	72,57	0,99	*
24	71,3	71,3	71,3	71,30	0,00	

Tabelle 16b) Grafische Vereinbarkeitsprüfung nach Mandel

Grenzwerte für Mandel (gemäß Tabelle A-3 und Tabelle A-4):			
		1 %	5 %
Grenzwerte h		2,18	1,8
Grenzwerte k		2	1,68
Labor	Mandel h	Mandel k	mögl. Ausreißer
1	1,180	0,502	
4	0,604	0,628	
12	-0,244	0,126	
16	-1,194	0,218	
17	0,773	0,126	
20	-2,007	0,000	*
21	-0,041	2,146	
22	0,400	0,251	
23	0,909	2,146	
24	-0,380	0,000	

Tabelle 16c) Numerische Ausreißertests

Prüfgröße		Grenzwerte für das Signifikanzniveau:	
		5 %	1 %
C	0,461	0,445	0,536
G _p	1,180	2,290	2,482
G	0,693	0,115	0,186
G ₁	2,007	2,290	2,482
G ₂	0,252	0,115	0,186

Tabelle 17: Prüfgröße Komplexer Schermodul G* für PmB 45 bei 60 °C

Tabelle 17a) Messwerte, Mittelwerte und Standardabweichung

Labor	Messwerte G* [Pa]			Mittelwert G* [Pa]	Standardabweichung [Pa]	Fast-/stat.-Ausreißer
	1	2	3			
1	5551,0	5346,2	5640,7	5512,63	150,95	
4	6350,0	6590,0	6490,0	6476,67	120,55	
12	6586,0	6692,0	6454,0	6577,33	119,24	
16	7740,0	7140,0	7100,0	7326,67	358,52	
17	7660,0	7054,0	6702,0	7138,67	484,58	*
20	7203,0	7171,0	6988,0	7120,67	116,00	
21	5604,0	5743,0	5927,0	5758,00	162,02	
22	6303,1	5945,4	6076,1	6108,20	181,00	
23	5816,0	5423,0	5804,0	5681,00	223,52	**
24	6232,0	6208,0	6322,0	6254,00	60,10	

Tabelle 17b) Grafische Vereinbarkeitsprüfung nach Mandel

Grenzwerte für Mandel (gemäß Tabelle A-3 und Tabelle A-4):			
		1 %	5 %
Grenzwerte h		2,18	1,8
Grenzwerte k		2	1,68
Labor	Mandel h	Mandel k	mögl. Ausreißer
1	-1,361	0,649	
4	0,125	0,518	
12	0,281	0,513	
16	1,436	1,541	
17	1,146	2,084	
20	1,119	0,499	*
21	-0,983	0,697	
22	-0,443	0,778	
23	-1,102	0,961	
24	-0,218	0,258	

Tabelle 17c) Numerische Ausreißertests

Prüfgröße		Grenzwerte für das Signifikanzniveau:	
		5 %	1 %
C	0,434	0,445	0,536
G _p	1,436	2,290	2,482
G	0,532	0,115	0,186
G ₁	1,361	2,290	2,482
G ₂	0,575	0,115	0,186

Tabelle 17d) Numerischer Ausreißertest ohne Laboratorium 23

Prüfgröße		Grenzwerte für das Signifikanzniveau:	
		5 %	1 %
C	0,478	0,445	0,536
G _p	1,343	2,290	2,482
G	0,535	0,115	0,186
G ₁	1,517	2,290	2,482
G ₂	0,427	0,115	0,186

Tabelle 18: Prüfgröße Phasenverschiebungswinkel δ für PmB 45 bei 60 °C

Tabelle 18a) Messwerte, Mittelwerte und Standardabweichung

Labor	Messwerte δ [°]			Mittelwert δ [°]	Standardabweichung [°]	Fast-/stat.- Ausreißer
	1	2	3			
1	74,1	74,5	74,4	74,33	0,21	
4	76,5	76,2	76,1	76,27	0,21	
12	75,2	75,4	75,6	75,40	0,20	
16	74,1	74,5	74,4	74,33	0,21	
17	77,4	76,8	77,1	77,10	0,30	
20	72,6	72,8	72,7	72,70	0,10	
21	76,0	75,8	75,6	75,80	0,20	
22	76,0	76,7	76,3	76,33	0,35	
23	75,4	78,0	75,4	76,27	1,50	**
24	74,7	74,5	74,6	74,60	0,10	

Tabelle 18b) Grafische Vereinbarkeitsprüfung nach Mandel

Grenzwerte für Mandel (gemäß Tabelle A-3 und Tabelle A-4):			
		1 %	5 %
Grenzwerte h		2,18	1,8
Grenzwerte k		2	1,68
Labor	Mandel h	Mandel k	mögl. Ausreißer
1	-0,745	0,401	
4	0,725	0,401	
12	0,066	0,385	
16	-0,745	0,401	
17	1,359	0,578	
20	-1,988	0,193	*
21	0,370	0,385	
22	0,776	0,676	
23	0,725	2,891	
24	-0,543	0,193	

Tabelle 18c) Numerische Ausreißertests

Prüfgröße		Grenzwerte für das Signifikanzniveau:	
		5 %	1 %
C	0,836	0,445	0,536
G_p	1,359	2,29	2,482
G	0,665	0,115	0,186
G_1	1,988	2,290	2,482
G_2	0,395	0,115	0,186

Tabelle 18d) Numerischer Ausreißertest ohne Laboratorium 23

Prüfgröße		Grenzwerte für das Signifikanzniveau:	
		5 %	1 %
C	0,278	0,445	0,536
G_0	1,404	2,290	2,482
G	0,577	0,115	0,186
G_1	1,860	2,290	2,482
G_2	0,403	0,115	0,186

Ermittlung der Präzisionskennwerte

Mit Hilfe der Formeln aus Kapitel 5.8 werden nun die Wiederholvarianz (Gleichung 49), die Varianz zwischen den Labors (Gleichung 50), die Vergleichvarianz (Gleichung 53) sowie der Gesamtmittelwert (Gleichung 48) des jeweiligen Merkmalsniveaus berechnet. Die Standardabweichung ist die positive Quadratwurzel der Varianz. Für das Bitumen PmB 45 bei 50 °C ergibt die Anwendung der ISO 5725 folgende Abweichungen:

komplexer Schermodul G^* bei 50 °C:

- Gesamtmittelwert $m = 23869,36 \text{ Pa}$
- Wiederholstandardabweichung $s_r = 774,78 \text{ Pa}$
- Abweichung zw. Labors $s_L = 3152,51 \text{ Pa}$
- Vergleichstandardabweichung $s_R = 3246,32 \text{ Pa}$

Phasenverschiebungswinkel δ bei 50 °C:

- Gesamtmittelwert $m = 71,67^\circ$
- Wiederholstandardabweichung $s_r = 0,46^\circ$
- Abweichung zw. Labors $s_L = 0,95^\circ$
- Vergleichstandardabweichung $s_R = 1,05^\circ$

Bei 60 °C wurden folgende Werte ermittelt:

komplexer Schermodul G^* bei 60 °C:

- Gesamtmittelwert $m = 6474,76 \text{ Pa}$
- Wiederholstandardabweichung $s_r = 233,56 \text{ Pa}$
- Abweichung zw. Labors $s_L = 619,61 \text{ Pa}$
- Vergleichstandardabweichung $s_R = 662,17 \text{ Pa}$

Phasenverschiebungswinkel δ bei 60 °C:

- Gesamtmittelwert $m = 75,21^\circ$
- Wiederholstandardabweichung $s_r = 0,22^\circ$
- Abweichung zw. Labors $s_L = 1,34^\circ$
- Vergleichstandardabweichung $s_R = 1,36^\circ$

Wie in Kapitel 5.10 angegeben, kann die Vergleichstandardabweichung eines Ringversuches für die Angabe der Messunsicherheit herangezogen werden. Bei der Bestimmung des Phasenwinkels bei 50 °C beträgt die Messunsicherheit 1,47 % des Ge-

samtmittelwertes, für den komplexen Schermodul 13,6 % des Gesamtmittelwertes. Bei der Bestimmung des Phasenwinkels bei 60 °C beträgt die Messunsicherheit 1,81 % des Gesamtmittelwertes, für den komplexen Schermodul 10,23 % des Gesamtmittelwertes.

Tabelle 19: Komplexer Schermodul, Phasenwinkel, Vergleichspräzision

Temperatur [°C]	Schermodul G^* [Pa]	Phasenwinkel δ [°]	Vergleichspräzision für G^* [%]	Vergleichspräzision für δ [%]
50	23869,36	71,67	13,60	1,47
60	3580,41	75,21	10,23	1,81

8.3.3 Funktionaler Zusammenhang zwischen Gesamtmittelwert und Vergleichspräzision

In Abbildung 31 und Abbildung 32 ist zu erkennen, dass der Anteil der Vergleichspräzision unabhängig von der Bitumensorte ist sowohl für den komplexen Schermodul G^* als auch für den Phasenverschiebungswinkel δ . Aufgrund von Tabelle 14 und Tabelle 19 lässt sich eine mögliche Abhängigkeit der Vergleichspräzision mit dem gemessenen komplexen Schermodul G^* erkennen. In Abbildung 33 ist zu erkennen, dass die Vergleichspräzision mit zunehmendem Schermodul ansteigt. Während für den Phasenverschiebungswinkel δ die Vergleichspräzision mit zunehmenden Winkel fällt (siehe Abbildung 34).

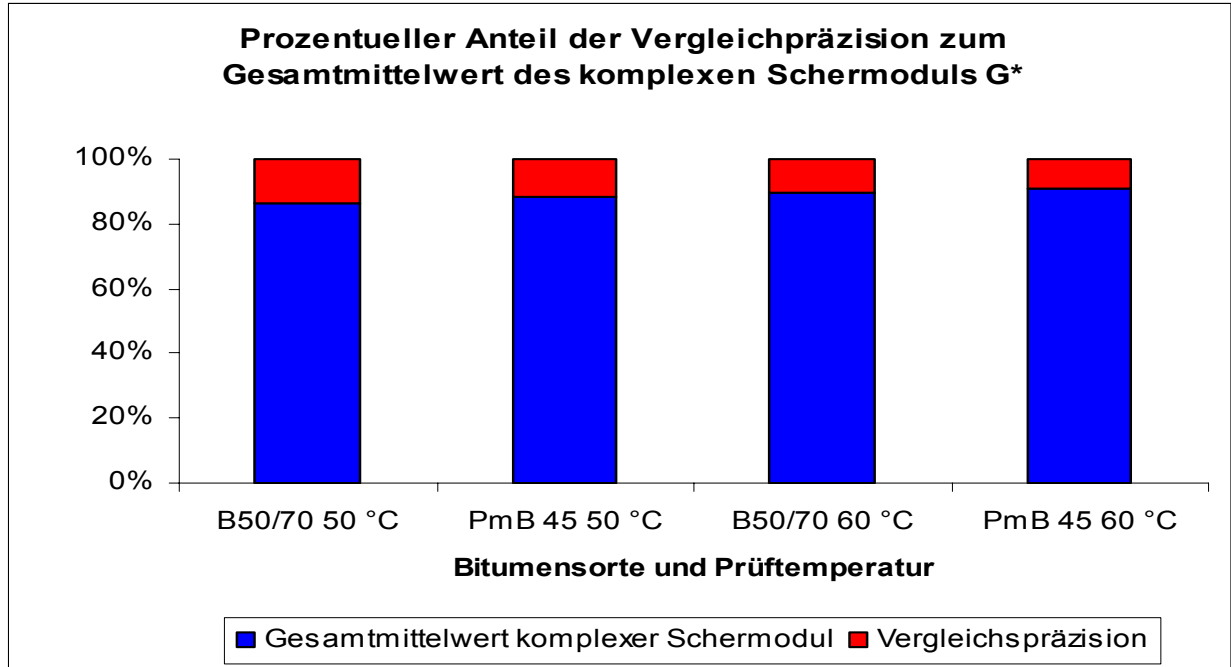


Abbildung 31: DSR, Prozentueller Anteil der Vergleichspräzision des komplexen Schermoduls G^* für die Bitumensorten B50/70 und PmB 45 bei einer Prüftemperatur von 50 °C und 60 °C

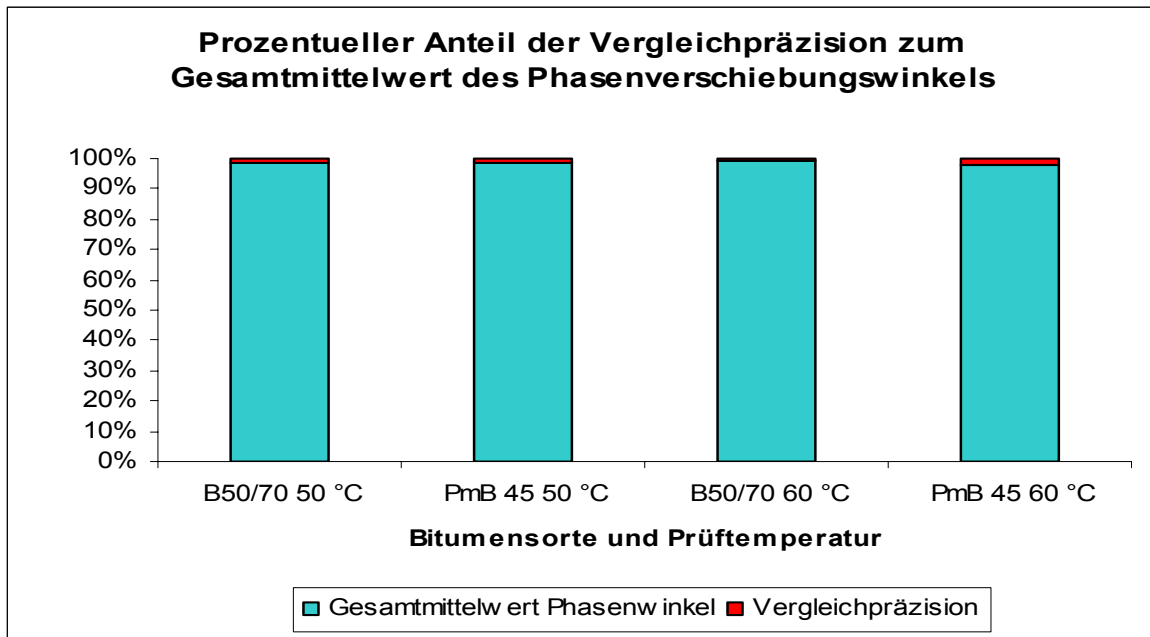


Abbildung 32: DSR, Prozentueller Anteil der Vergleichpräzision des Phasenverschiebungswinkel für die Bitumensorten B50/70 und PmB 45 bei einer Prüftemperatur von 50 °C und 60 °C

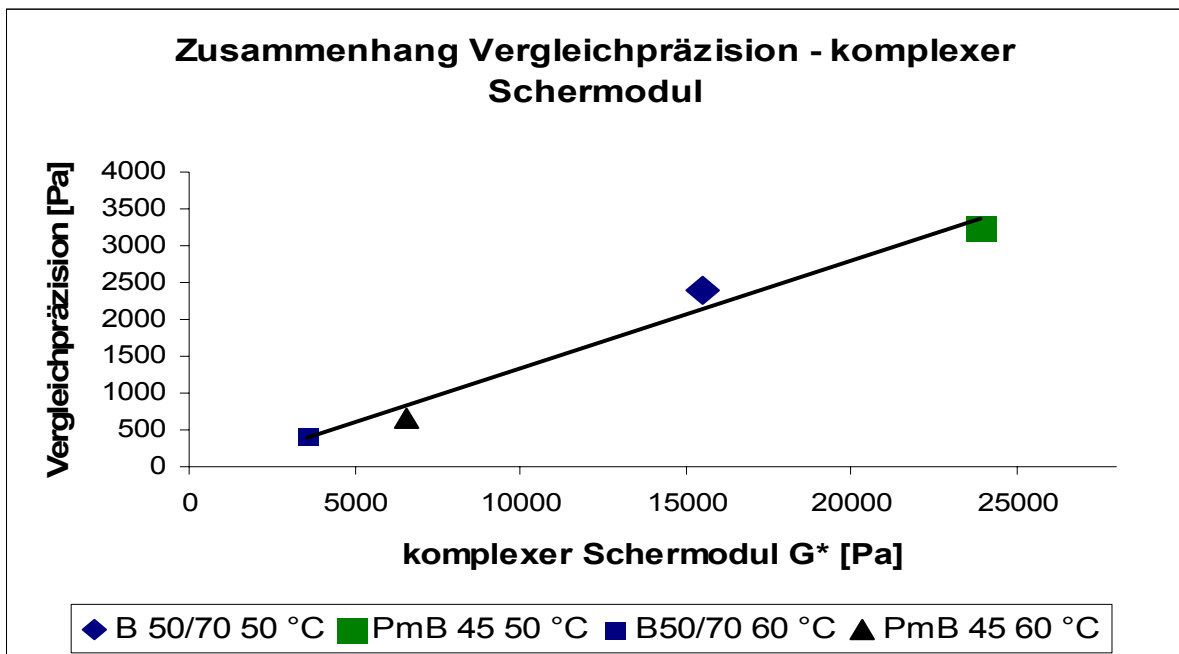


Abbildung 33: DSR, Zusammenhang Vergleichpräzision – komplexer Schermodul G^*

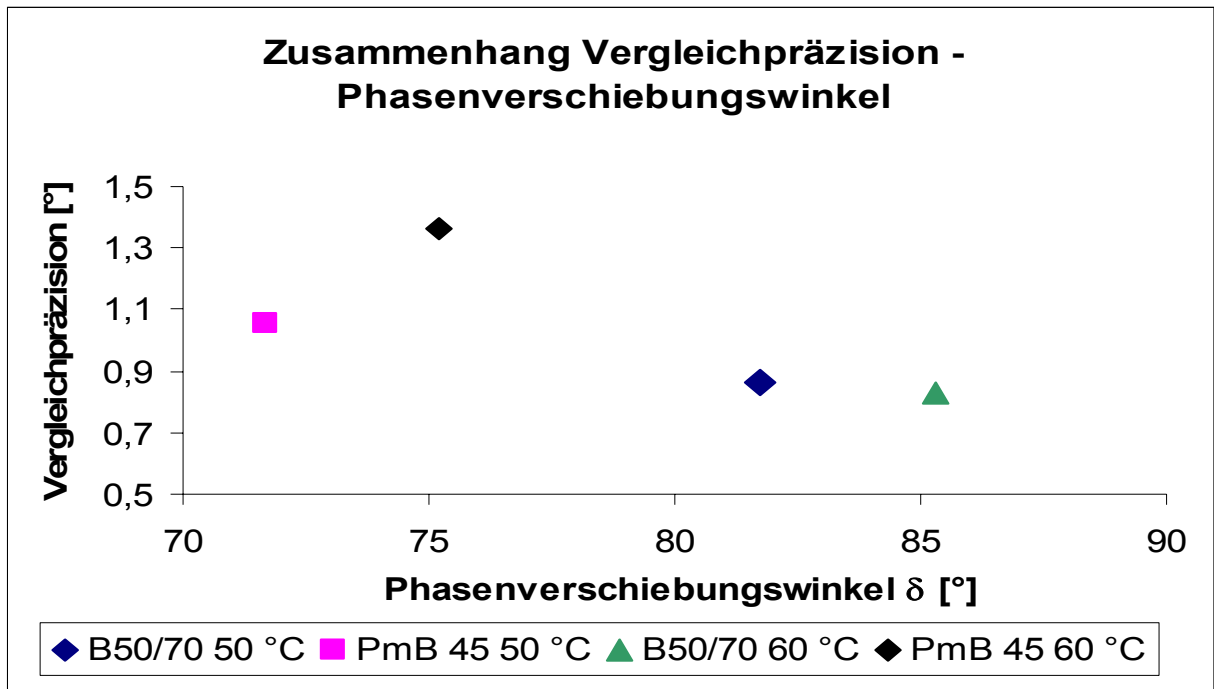


Abbildung 34: DSR, Zusammenhang Vergleichpräzision – Phasenverschiebungswinkel δ

8.4 Rohdichtebestimmung

Die Rohdichte wird für die Mischgutsorte SMA11-PmB45/80-65-Diabas bestimmt. Das Verfahren für die Bestimmung der Rohdichte wird entsprechend Kapitel 7.4 durchgeführt. Verschiedene Laboranten bestimmten die Rohdichte mit Wasser. Die gewonnenen Daten sind in Tabelle 20 aufgelistet. Für die Bestimmung der Rohdichte eines Materials wird der Mittelwert aus zwei Messungen der Rohdichte herangezogen. An der Versuchsreihe nehmen drei Laboranten teil. Die Unterschiede der Rohdichte und die jeweiligen Standardabweichungen sind in Abbildung 35 dargestellt.

Tabelle 20: Rohdichtebestimmung, Rohdichte Wasser

	Messung 1 [kg/m ³]	Messung 2 [kg/m ³]	Mittelwert [kg/m ³]	Standardabweichung [kg/m ³]	Spannweite r [kg/m ³]
1. Laborant	2535,8	2548,1	2541,97	8,67	12,26
2. Laborant	2533,0	2522,8	2527,89	7,21	10,20
3. Laborant	2507,2	2524,8	2516,01	12,41	17,55

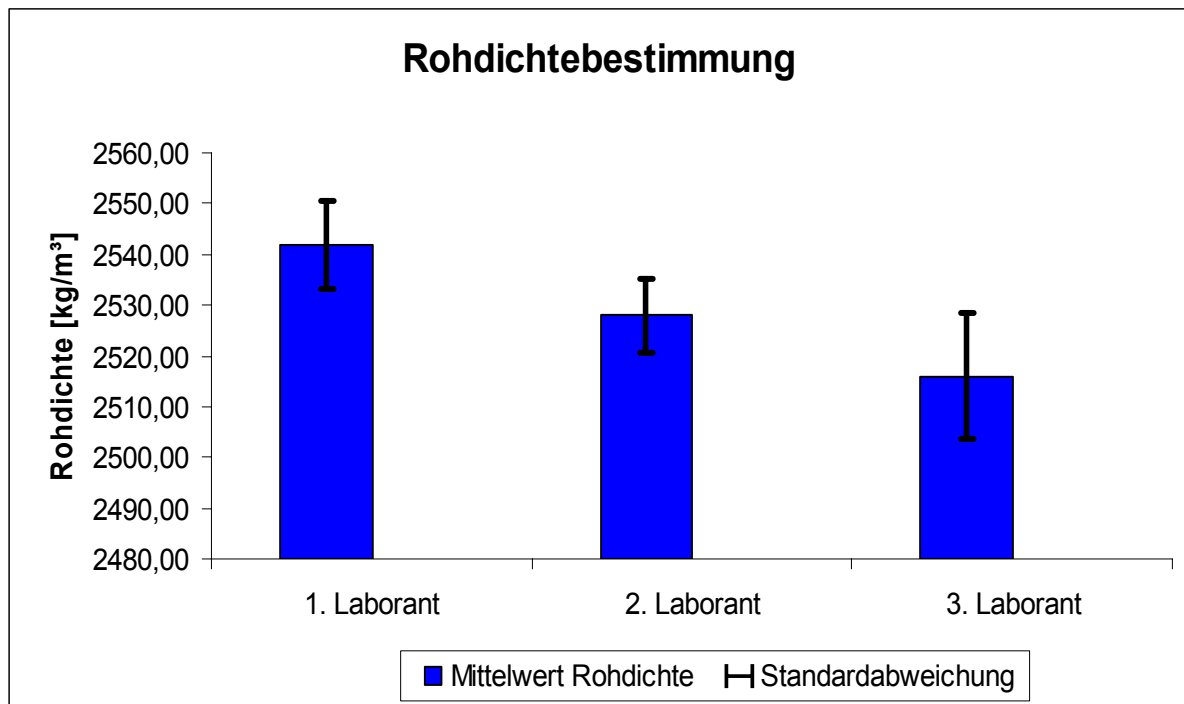


Abbildung 35: Rohdichtebestimmung der Mischgutsorte mit Wasser, Ermittelte Rohdichte jedes Laboranten Wasser

Jeder Bearbeiter führte zwei Wiederholmessungen durch. Mit den ermittelten Messwerten dieser drei Versuchsreihen konnte eine Wiederholstandardabweichung berechnet werden (Gleichung 80).

Die Präzision unter internen Vergleichbedingungen für die Rohdichtebestimmung wurde mit $9,86 \text{ kg/m}^3$ ermittelt. Die Streuung zwischen den Bearbeitern beträgt $18,37 \text{ kg/m}^3$ für Wasser (Gleichung 51). Für die Vergleichpräzision wurde jeweils der größte gewonnene Mittelwert vom kleinsten gewonnenen Mittelwert abgezogen. Bei der Verwendung von Wasser wurde eine Vergleichpräzision von $25,95 \text{ kg/m}^3$ ermittelt (siehe Tabelle 21). Man kann dabei erkennen, dass der Anteil der Wiederholpräzision zur gemessenen Rohdichte gering ist.

Tabelle 21: Ermittelte Rohdichte, Wiederholstandardabweichung und Vergleichpräzision für Wasser

Gesamtmittelwert	Wiederholstandardabweichung		Streuung zwischen den Bearbeitern		Vergleichpräzision	
[kg/m³]	[kg/m³]	[%]	[kg/m³]	[%]	[kg/m³]	[%]
2528,62	9,68	0,38	18,37	0,73	25,95	1,03

8.5 Kalibrierung am 4-Punkt-Biegebalken (4PBB)

Der Kalibriervorgang am 4-Punkt-Biegebalken wird entsprechend Kapitel 7.5 durchgeführt. Die Kalibrierung erfolgt an zwei verschiedenen Versuchskörpern. Bei den Materialien der beiden Kalibrierkörper handelt es sich um Teflon und Aluminium. Der Kalibrierkörper wird an vier Punkten befestigt. Die Befestigung erfolgt mittels Schrauben, welche mit einem bestimmten Drehmoment festgezogen werden (siehe Abbildung 36).

Im Rahmen des Versuches wurde mit einem Drehmoment von 200 Ncm begonnen und dieses bis 400 Ncm gesteigert. Die Steigerung des Momentes erfolgte in 50 Ncm Schritten. Dieses Drehmoment wirkt für den Balken wie ein Einspannmoment. In den weiteren Erklärungen wird daher von einem Einspannmoment gesprochen. Bei diesem Kalibrierversuch handelt es sich um einen Steifigkeitsversuch. Die Dehnungsamplitude beträgt 50 μm . Bei jedem Einspannmoment wurden 3 Wiederholmessungen durchgeführt.

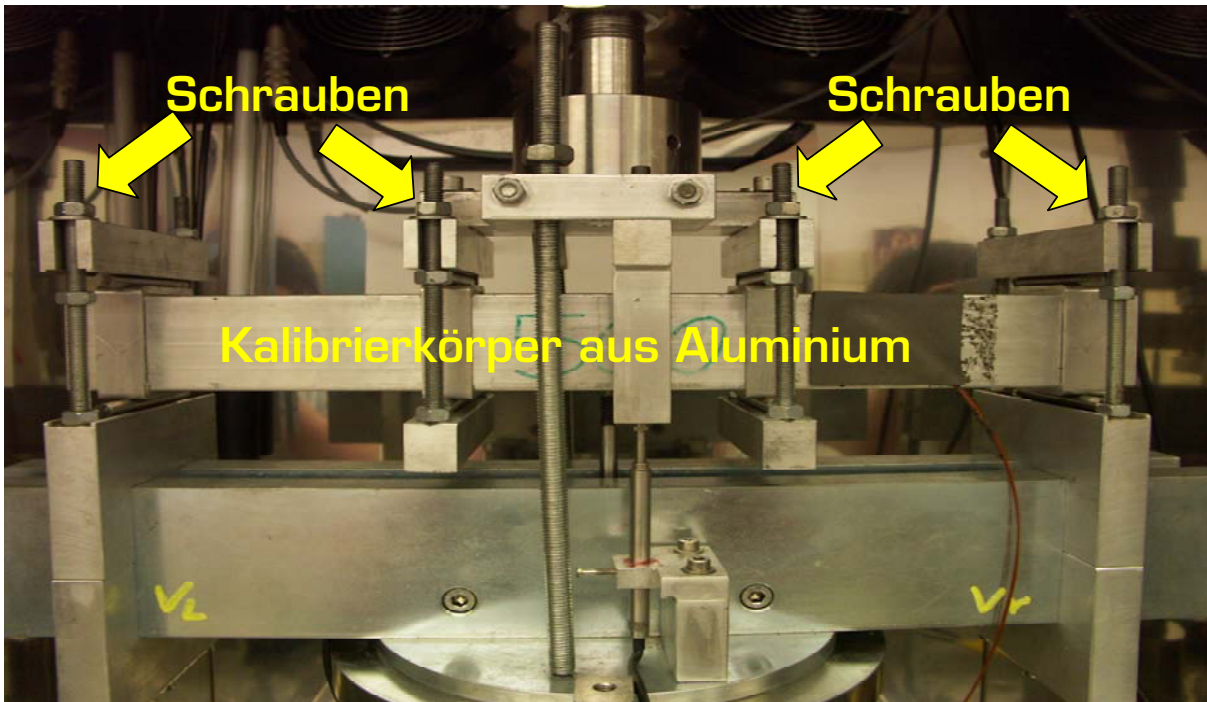


Abbildung 36: Befestigung des Kalibrierkörpers, Versuch Kalibrierung 4 PBB mit dem Kalibrierkörper 501 aus Aluminium

8.5.1 Kalibrierung mit dem Kalibrierkörper aus Aluminium

Der Probekörper hat die Abmessungen 50 x 10 x 450 mm (siehe Abbildung 37). Die in dem Versuch gewonnenen Daten sind in Tabelle B-28 aufgelistet. Die ermittelten Mittelwerte und die jeweiligen Standardabweichungen sind in Tabelle B-29 und Tabelle B-30 aufgelistet. Der Sollwert für den komplexen Modul E^* des Kalibrierkörpers beträgt 78 000 N/mm² (Herstellerangabe laut Firma Adolf Herzog GesmbH, mechanische Werkstätte, Hauffgasse 22, 1110 Wien). Der komplexe Modul E^* muss innerhalb von 2 % in Bezug auf den bekannten komplexen Modul E^* und innerhalb von 0,5° für die bekannte Phasenverzögerung liegen (ÖNORM EN 12697-26, 2004).



Abbildung 37: Kalibrierkörper für den 4 PBB, aus Aluminium

Der komplexe Modul E^* steigt mit Zunahme des Einspannmomentes. Bei einem Einspannmoment von 350 Ncm wird ein Maximum erreicht jedoch wird die 2 %-Marke überschritten. Bei einem Einspannmoment von 250 Ncm ist eine geringere Standardabweichung als bei einem Einspannmoment von 300 Ncm zu erkennen, jedoch liegt der komplexe Modul E^* etwas unter der 2 %-Marke (siehe Abbildung 38). Bei einem Einspannmoment von 200 Ncm tritt die höchste Standardabweichung auf (siehe Abbildung 39).

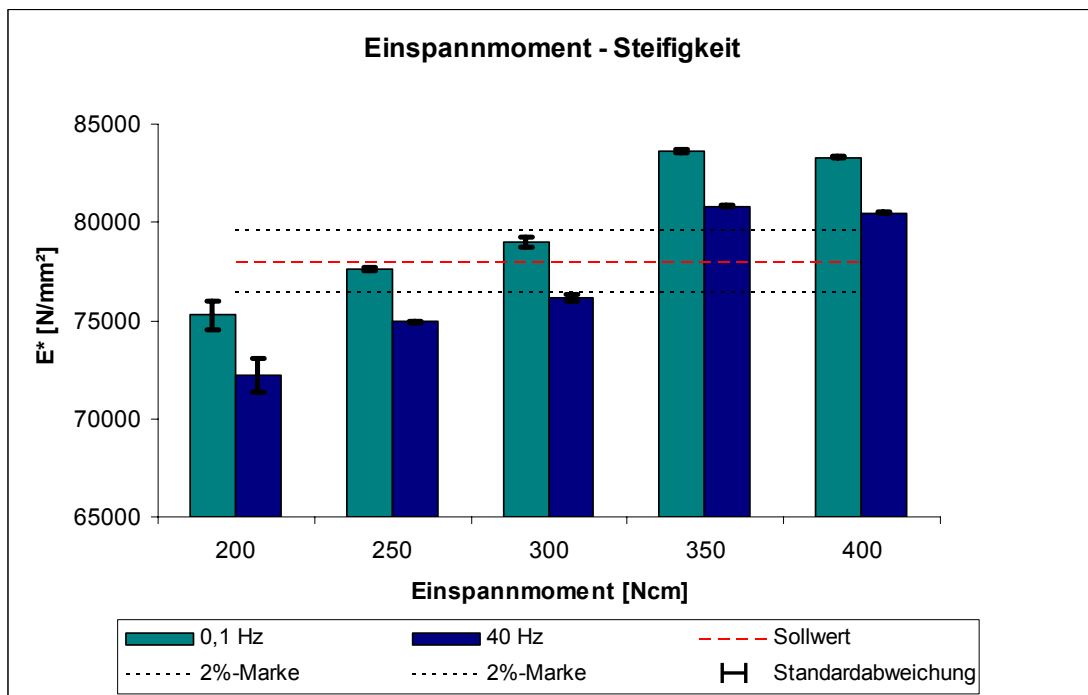


Abbildung 38: Zusammenhang zwischen Einspannmoment und komplexen Modul E^* für den Versuch 4 PBB mit dem Kalibrierkörper aus Aluminium

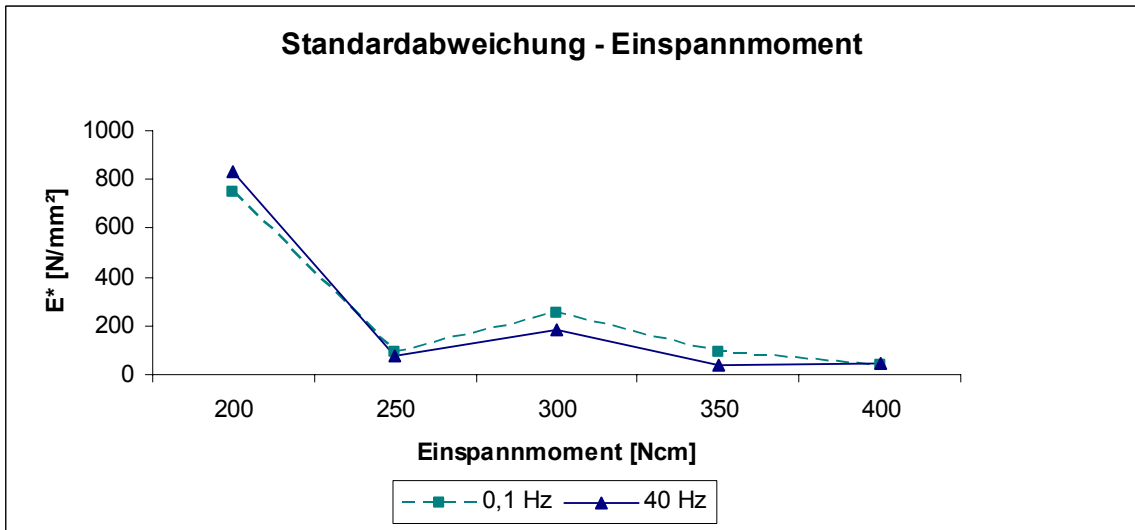


Abbildung 39: Zusammenhang zwischen der Standardabweichungen von E^* und dem Einspannmoment für den Versuch 4 PBB mit dem Kalibrierkörper aus Aluminium

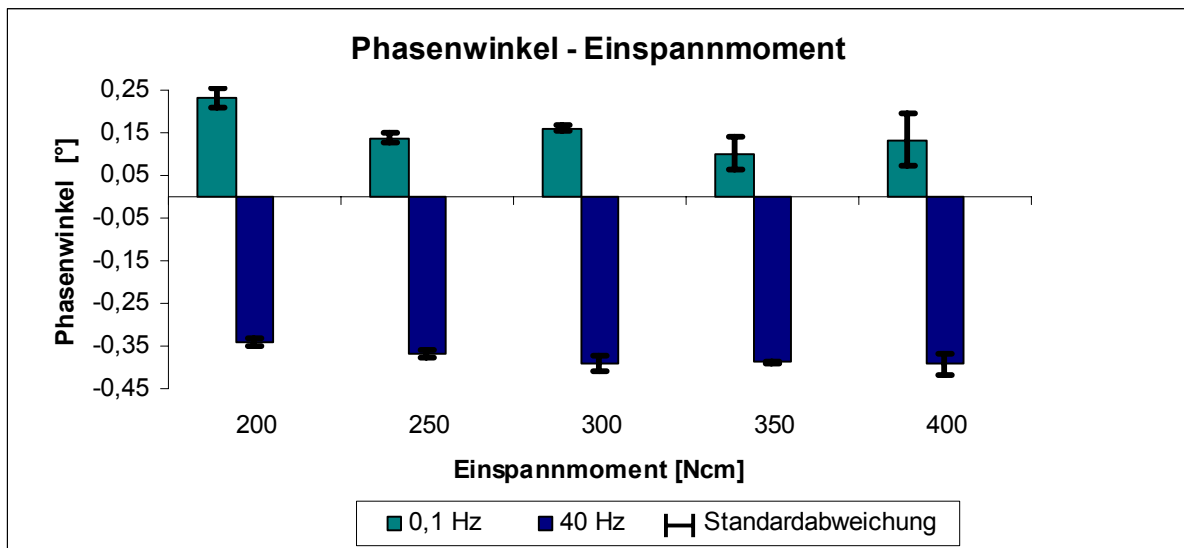


Abbildung 40: Zusammenhang zwischen dem Phasenwinkel und dem Einspannmoment für den Versuch 4 PBB mit dem Kalibrierkörper aus Aluminium

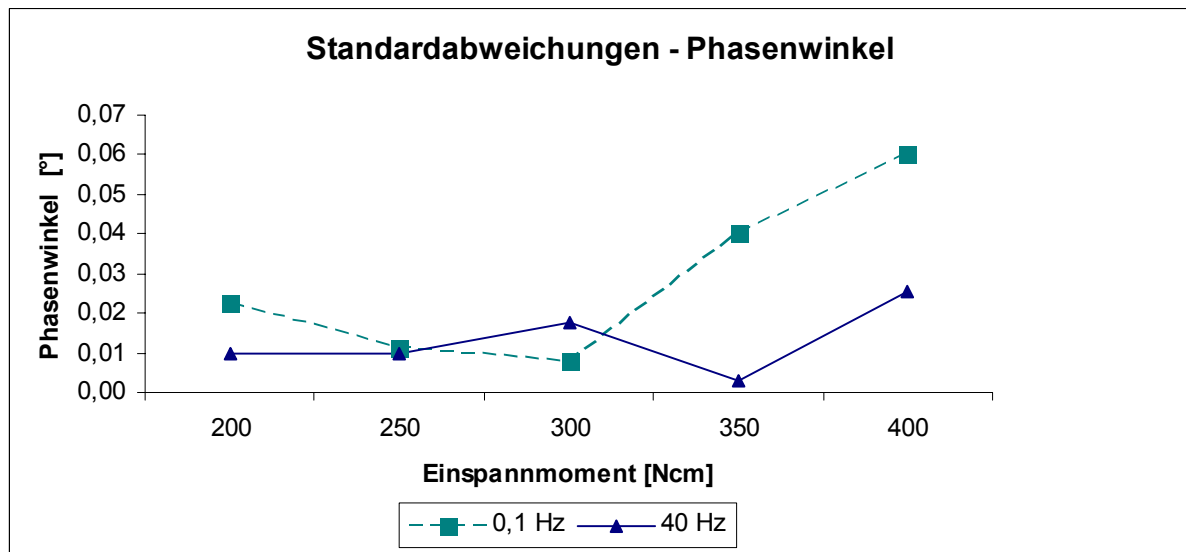


Abbildung 41: Zusammenhang zwischen der Standardabweichungen vom Phasenwinkel und dem Einspannmoment für den Versuch 4 PBB mit dem Kalibrierkörper aus Aluminium

Neben dem komplexen Modul E^* wird auch der Phasenwinkel ϕ gemessen. Eine Änderung des Einspannmomentes hat keinen Einfluss auf den gemessenen Phasenwinkel (siehe Abbildung 40). Die Ergebnisse der Wiederholmessungen für den Phasenwinkel streuen für die Einspannmomente von 350 Ncm und 400 Ncm etwas mehr als bei den anderen Einspannmomenten (siehe Abbildung 41).

Für die Berechnung der Messunsicherheit bei der Kalibrierung des 4-Punkt-Biegebalkens wird das Einspannmoment von 250 Ncm verwendet. Des Weiteren wird noch die systematische Abweichungskomponente zur Berechnung der Messunsicherheit berücksichtigt. Die Vorgehensweise für die Berechnung erfolgt entsprechend Kapitel 6. Als erster Schritt wird eine Standardabweichung der Messwertreihe berechnet. Ein Vergleich mit einer Verfahrensstandardabweichung (siehe Kapitel 6.1) ist nicht möglich, da noch keine Versuchsreihen durchgeführt wurden.

Die statistische Signifikanz der systematischen Abweichungskomponente wird als nächstes geprüft (Gleichung 82). Der Term für die Messunsicherheit des Referenzmaterials entfällt, da keine Informationen vorhanden sind. Die Standardabweichung s_{mess} des komplexen Schermodul E^* bei einem Drehmoment von 250 Ncm und einer Frequenz von 0,1 Hz beträgt 91 N/mm² (siehe Tabelle B-30). Der Mittelwert für E^* der Messwertreihe beträgt bei einem Drehmoment von 250 Ncm 77641 N/mm² (siehe Tabelle B-29)

z.B. Berechnung der statistischen Signifikanz (Gleichung 82) für 0,1 Hz und E^* bei 250 Ncm:

$$|78000 - 77641| = 359 > 2 \cdot \sqrt{\frac{91^2}{3}} = 105$$

Die systematische Abweichungskomponente ist in diesem Fall signifikant. Das Messergebnis wird jedoch nicht korrigiert. Die systematische Abweichungskomponente wird in die Messunsicherheit mit eingerechnet (Gleichung 86). Eine Verfahrensstandardabweichung ist aufgrund der erstmaligen Durchführung solcher Versuche noch nicht

vorhanden. Die Standardabweichung s_{mess} des komplexen Schermodul E^* bei einem Drehmoment von 250 Ncm und einer Frequenz von 0,1 Hz beträgt 91 N/mm² (siehe Tabelle B-30). Der gemessene Wert für E^* beträgt bei einer Frequenz von 0,1 Hz 77641 N/mm². Die gesamte Messunsicherheit des komplexen Modul E^* wird entsprechend Kapitel 6.3 Gleichung 86 berechnet.

z.B. Die gesamte Messunsicherheit für den komplexen Modul E^* bei einer Frequenz von 0,1 Hz errechnet sich wie folgt:

$$u = \sqrt{\frac{91^2}{3} + (77641 - 78000)^2} = 363 \text{ N/mm}^2$$

Die Messunsicherheit bei einer Frequenz von 0,1 Hz beträgt für den komplexen Modul E^* 363 N/mm². Taster 2 steuert den Versuch über die Dehnungsamplitude. Das Verhältnis $T1/T2$ darf 1,15 nicht überschreiten. Die für E^* , E_1 , E_2 , Phase Φ , Dehnung ε aufgelisteten Werte in Tabelle 22 sind die Standardabweichungen bei 3 Wiederholmessungen. Sie sind ein Maß für die Wiederholpräzision des Versuches bei einem Einspannmoment von 250 Ncm.

Tabelle 22: Standardabweichung für die Größen E^* , E_1 , E_2 , Phase Φ , Dehnung ε und dem Verhältnis $T2/T1$ bei einem Einspannmoment von 250 Ncm, 3 Wiederholmessungen

Frequenz [Hz]	Dehnung [μm]	E^* [N/mm ²]	E_1 [N/mm ²]	E_2 [N/mm ²]	Phase Φ [°]
0,1	0,28	52	52	9	6,4E-03
1	0,02	50	50	11	7,8E-03
2	0,08	60	60	1	7,0E-04
5	0,07	53	53	14	1,0E-02
8	0,12	54	54	11	8,1E-03
10	0,15	47	47	4	3,0E-03
15	0,21	51	51	2	1,2E-03
20	0,08	46	45	14	1,0E-02
30	0,18	24	25	25	1,9E-02
40	0,29	44	44	7	5,7E-03

Für den Steifigkeitsmodul E^* ist die gesamte Messunsicherheit für die einzelnen Frequenzen in Tabelle 23 aufgelistet. Die Messunsicherheit beinhaltet sowohl zufällige als auch systematische Abweichungen vom Messergebnis. Mit zunehmender Dauer des Versuches erkennt man einen Anstieg der Messunsicherheit mit der Frequenz.

Tabelle 23: Messunsicherheit für den komplexen Modul E^* bei einem Einspannmoment von 250 Ncm, 4PBB

Frequenz [Hz]	E^* [N/mm ²]	Messunsicherheit E^* [%]
0,1	363	0,47
1	229	0,29
2	215	0,28
5	256	0,33
8	365	0,47
10	424	0,55
15	752	0,97
20	1305	1,70
30	1526	2,00
40	3077	4,11

Für die Frequenzen 0,1 Hz und 40 Hz ist die Messunsicherheit für den komplexen Modul in Abhängigkeit vom Einspannmoment grafisch dargestellt (siehe Abbildung 42). Bei einem Einspannmoment von 250 Ncm wird die geringste Messunsicherheit ermittelt.

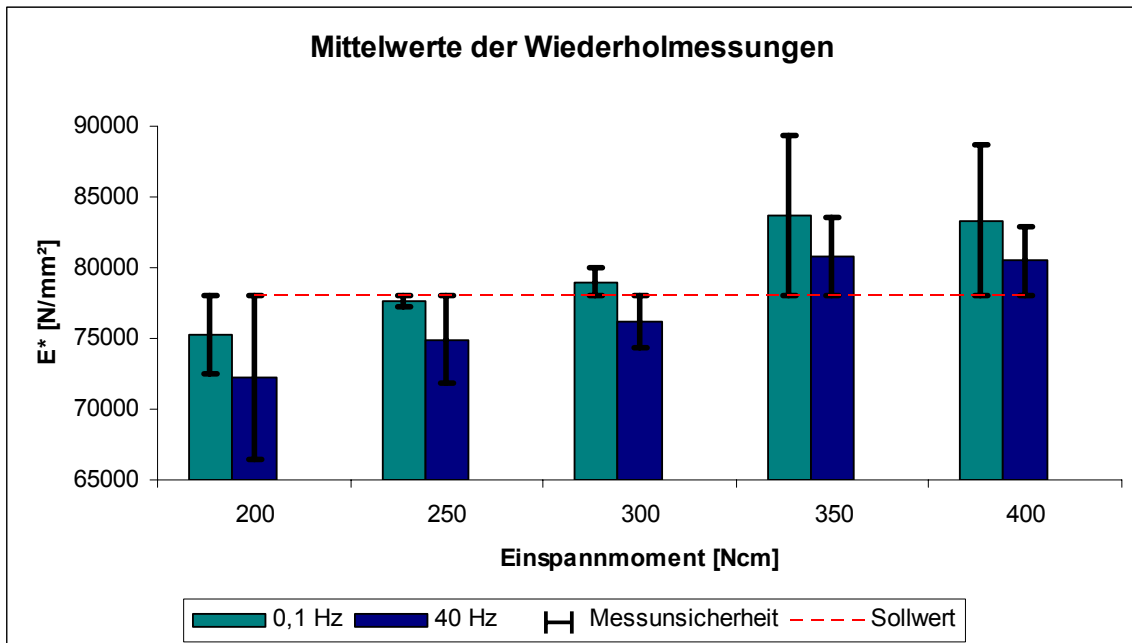


Abbildung 42: Messunsicherheit für den 4PBB mit dem Kalibrierkörper aus Aluminium bei den unterschiedlichen Einspannmomenten

8.5.2 Kalibrierung mit dem Kalibrierkörper aus Teflon

Eine weitere Kalibrierung wurde mit einem Kalibrierkörper aus Teflon durchgeführt. Die Abmessungen des Kalibrierkörpers sind 50 x 50 x 450 mm (siehe Abbildung 43). Die Vorgehensweise war die gleiche wie mit dem Kalibrierkörper aus Aluminium. Die gewonnenen Werte sind in Tabelle B-32 aufgelistet. Die dazugehörigen Mittelwerte und Standardabweichungen befinden sich in Tabelle B-33 und in Tabelle B-34. Der Sollwert für den komplexen Modul E^* des Kalibrierkörpers ist 4500 N/mm². Der komplexe Modul E^* muss innerhalb von 2 % in Bezug auf den bekannten komplexen Modul E^* und innerhalb von 0,5° für die bekannte Phasenverzögerung liegen (ÖNORM EN 12697-26, 2004).

In Abbildung 44 lässt sich kein markanter Anstieg des komplexen Modul E^* mit Zunahme des Einspannmomentes feststellen außer bei der Steigerung des Einspannmomentes von 200 Ncm auf 300 Ncm. Abbildung 45 zeigt jedoch, dass mit einem Drehmoment von 250 Ncm die geringsten Streuungen zwischen den Wiederholmessungen auftreten.



Abbildung 43: Kalibrierkörper Teflon für den Kalibrierversuch am 4-Punkt-Biegebalken

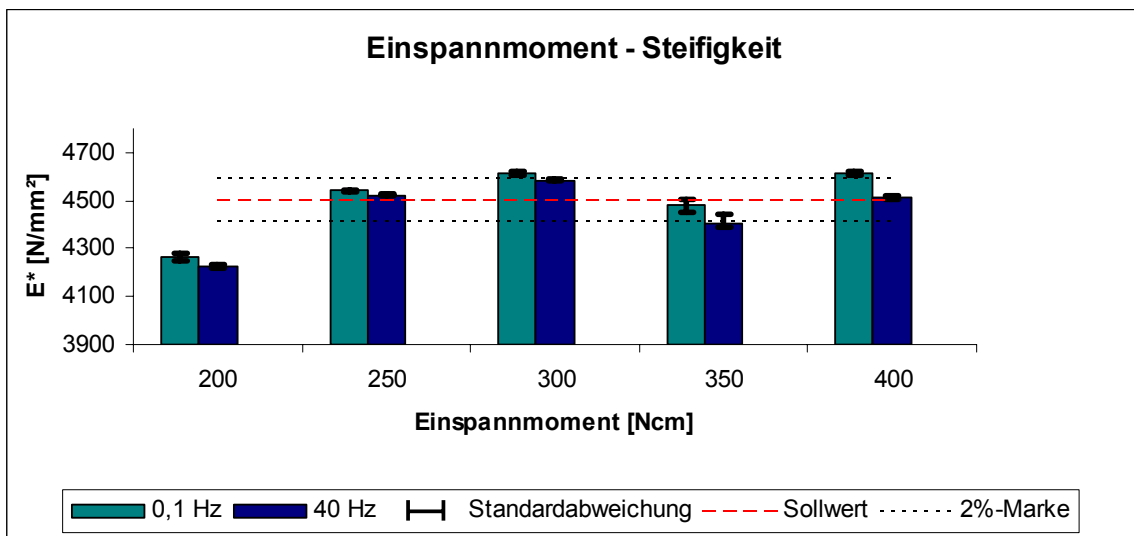


Abbildung 44: Zusammenhang zwischen Einspannmoment und komplexen Modul E^* bei dem Versuch 4 PBB mit dem Kalibrierkörper aus Teflon

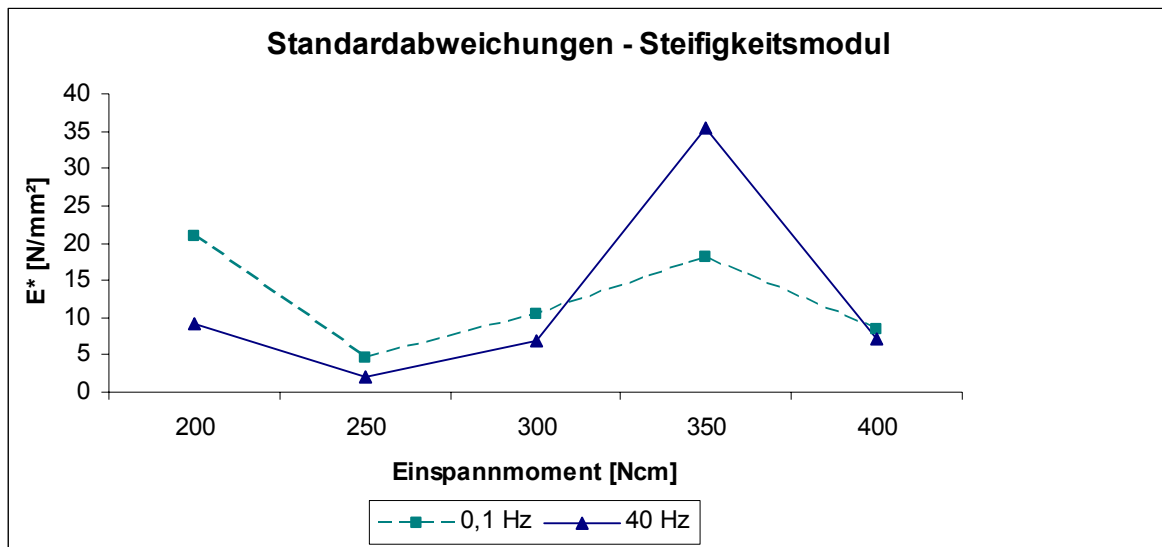


Abbildung 45: Zusammenhang Standardabweichungen komplexen Modul E^* und dem Einspannmoment bei dem Versuch 4 PBB mit dem Kalibrierkörper aus Teflon

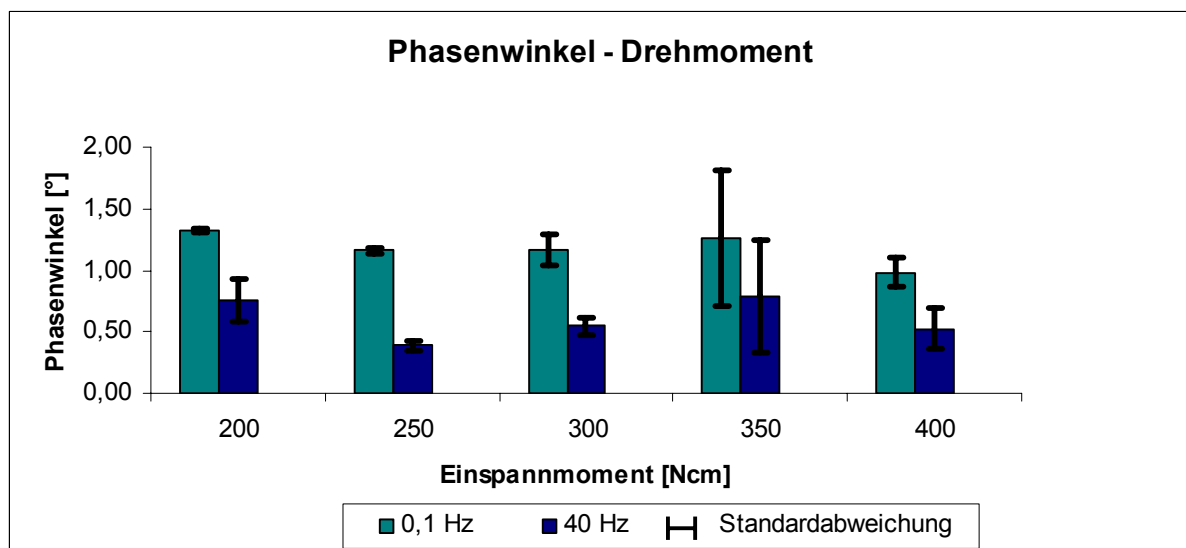


Abbildung 46: Zusammenhang Phasenwinkel Φ und dem Einspannmoment bei dem Versuch 4 PBB mit dem Kalibrierkörper aus Teflon

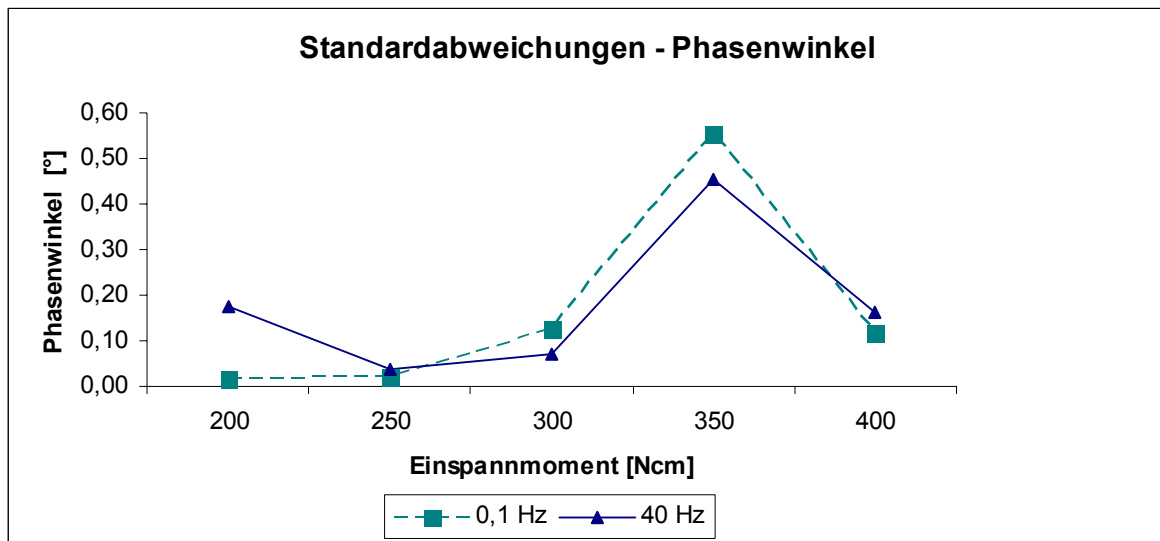


Abbildung 47: Zusammenhang Standardunsicherheit vom Phasenwinkel Φ und dem Einspannmoment bei dem Versuch 4 PBB mit dem Kalibrierkörper aus Teflon

Die Änderung des Einspannmomentes hat auf den Phasenwinkel keinen Einfluss (Abbildung 46). Die Streuung des Phasenwinkels ist generell gering. Nur bei einem Einspannmoment von 350 Ncm wird eine etwas höhere Streuung angezeigt als bei den anderen Einspannmomenten (siehe Abbildung 47).

Bei einem Einspannmoment von 250 Ncm wird die geringste Abweichung vom Sollwert des komplexen Moduls E^* erreicht. Weiters tritt bei diesem Einspannmoment von 250 Ncm die geringste Standardabweichung zwischen den Wiederholmessungen auf. Für das Einspannmoment von 250 Ncm wird eine Messunsicherheit berechnet. Für die Berechnung der Messunsicherheit wird zusätzlich noch die systematische Abweichungskomponente mit eingerechnet. Die Vorgehensweise für die Berechnung erfolgt entsprechend Kapitel 6 und wurde in Kapitel 8.5.1 beschrieben. Die für E^* , E_1 , E_2 , Phase Φ , Dehnung ε aufgelisteten Werte in Tabelle 24 sind die Standardabweichungen bei 3 Wiederholmessungen. Sie sind ein Maß für die Wiederholpräzision des Versuches bei einem Einspannmoment von 250 Ncm.

Tabelle 24: Standardabweichungen für die Größen E^* , E_1 , E_2 , Phase Φ , Dehnung ε bei 3 Wiederholmessungen bei einem Einspannmoment 250 Ncm

Frequenz [Hz]	Dehnung [μm]	E^* [N/mm ²]	E_1 [N/mm ²]	E_2 [N/mm ²]	Phase Φ [°]
0,1	0,28	3	3	1	1,20E-02
1	0,04	1	1	0	5,34E-03
2	0,05	1	1	1	1,57E-02
5	0,04	1	1	1	9,87E-03
8	0,01	1	1	1	8,27E-03
10	0,03	1	1	1	9,30E-03
15	0,07	0	0	1	1,20E-02
20	0,01	1	1	2	1,95E-02
30	0,02	2	2	1	1,11E-02
40	0,02	1	1	2	2,28E-02

Für den komplexen Modul E^* ist die gesamte Messunsicherheit für die einzelnen Frequenzen in Tabelle 25 aufgelistet. Die Messunsicherheit beinhaltet sowohl zufällige als auch systematische Abweichungen vom Messergebnis.

Tabelle 25: Messunsicherheit für den komplexen Modul E^* bei einem Einspannmoment von 250 Ncm für den Versuch 4PBB

Frequenz [Hz]	E^* [N/mm ²]	Messunsicherheit E^* [%]
0,1	41	0,9
1	144	3,1
2	171	3,7
5	200	4,2
8	206	4,4
10	204	4,3
15	181	3,9
20	120	2,6
30	170	3,6
40	23	0,5

Die zufälligen Abweichungen für den komplexen Modul E^* sind gering (siehe Tabelle 24). Den größten Teil der Messunsicherheit für den Kalibrierversuch des 4-Punkt-Biegebalkens wird durch die systematische Abweichungskomponente verursacht. Wie zu erkennen ist, ist die Messunsicherheit sehr stark von der systematischen Abweichung abhängig. Weiters ist zu erkennen, dass sich die Messunsicherheit während des Versuches ändert. Für die Frequenzen 0,1 Hz und 40 Hz wird die Messunsicherheit grafisch dargestellt (siehe Abbildung 48).

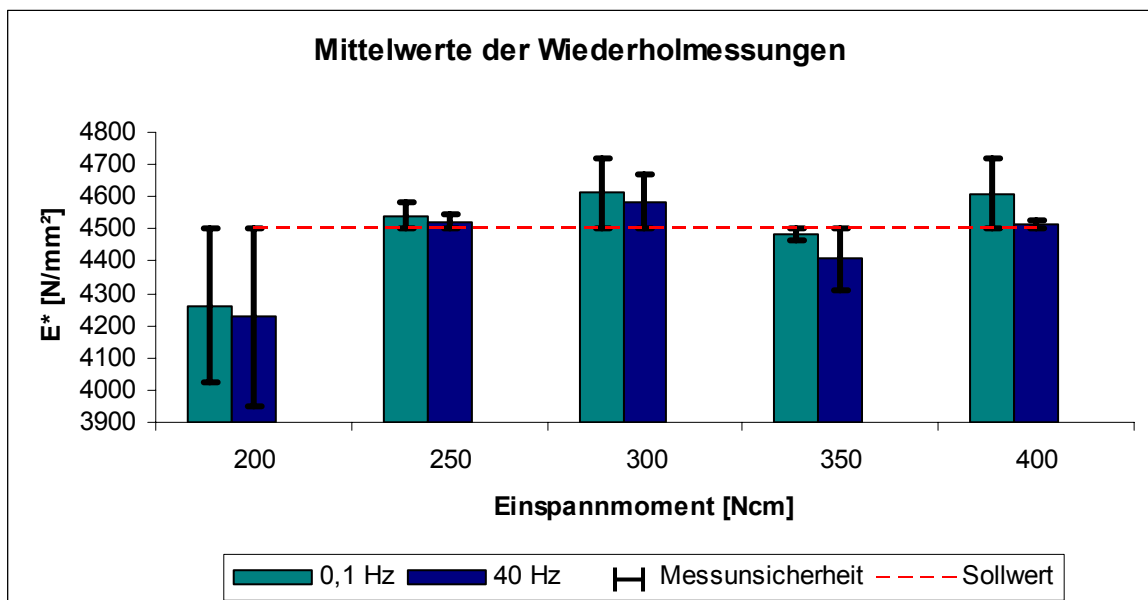


Abbildung 48: Messunsicherheit für den 4PBB mit dem Kalibrierkörper aus Teflon bei den unterschiedlichen Einspannmomenten

Erstellen einer Regelkarte für den Kalibrierversuch 4 PBB mit dem Kalibrierkörper aus Aluminium

Die Regelkarte wird für den komplexen Modul E^* für eine Frequenz von 0,1 Hz erstellt. Durch die unterschiedlichen Messunsicherheiten bei den Prüffrequenzen wird eine Frequenz herausgenommen. Der Sollwert des komplexen Modul E^* beträgt 78000 N/mm². Die errechnete Messunsicherheit für diese Frequenz beträgt 363 N/mm² (siehe Tabelle 23). Weiters muss für diesen Versuch gemäß ÖNORM EN 12697-26 der gemessene komplexe Modul E^* innerhalb von 2 % in Bezug auf den bekannten komplexen Modul E^* liegen. Als Eingriffsgrenze wird die 2 %-Marke festgelegt. Die gemessenen Werte des komplexen Modul E^* müssen in dem Bereich von 76440 bis 79560 N/mm² liegen. Die untere und obere Warngrenze wird mit der doppelten Messunsicherheit von ± 726 N/mm² festgelegt. Dadurch wird ein Vertrauensniveau von 95 % festgelegt. Der Entwurf einer Regelkarte für das ISTU-Labor ist in Anhang C Tabelle C-1 dargestellt.

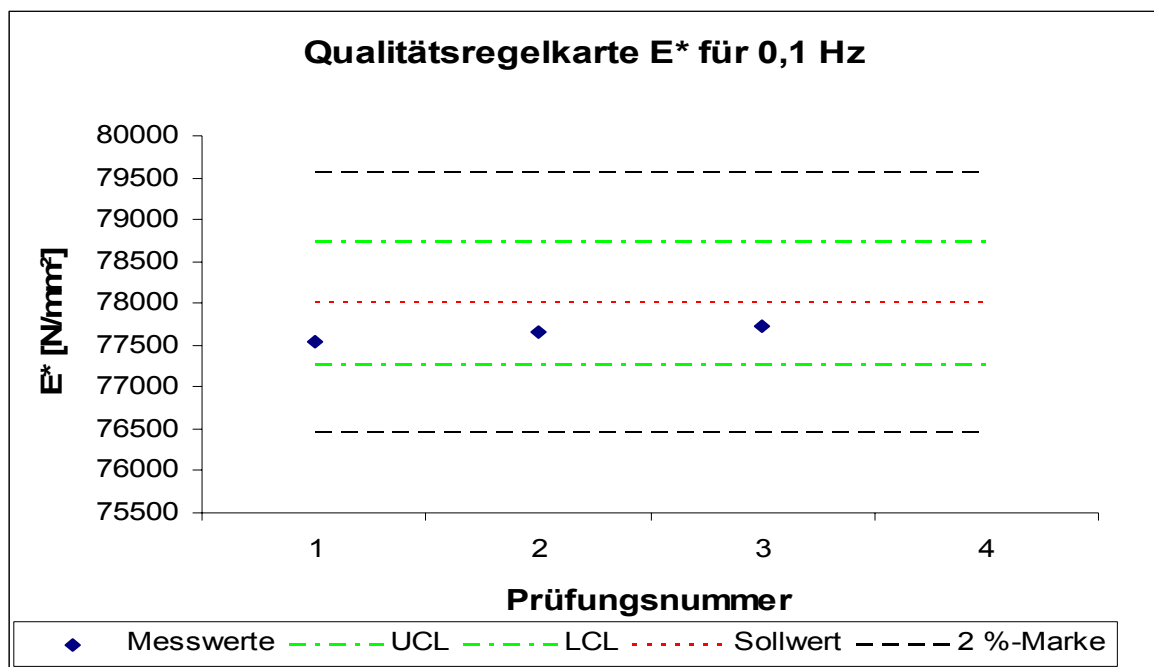


Abbildung 49: Schema einer Regelkarte für den Kalibrierversuch am 4 PBB für den Kalibrierkörper aus Aluminium

Legende:

UCL Obere Überwachungsgrenze (Eingriffs- oder Warngrenze)

LCL Untere Überwachungsgrenze (Eingriffs- oder Warngrenze)

Erstellen einer Regelkarte für den Kalibrierversuch 4 PBB mit dem Kalibrierkörper aus Teflon

Die Regelkarte wird für den komplexen Modul E^* für eine Frequenz von 0,1 Hz erstellt. Durch die unterschiedlichen Messunsicherheiten bei den Prüffrequenzen wird eine Frequenz herausgenommen. Der Sollwert des komplexen Modul E^* beträgt 4500 N/mm². Die errechnete Messunsicherheit für diese Frequenz beträgt 41 N/mm² (siehe Tabelle 25). Weiters muss für diesen Versuch gemäß ÖNORM EN 12697-26 der gemessene komplexe Modul E^* innerhalb von 2 % in Bezug auf den

bekannten komplexen Modul E^* liegen. Als Eingriffsgrenze wird die 2 %-Marke festgelegt. Die gemessenen Werte des komplexen Modul E^* müssen in dem Bereich von 4410 bis 4590 N/mm² liegen. Die untere und obere Warngrenze wird mit der doppelten Messunsicherheit von ± 82 N/mm² festgelegt. Dadurch wird ein Vertrauensniveau von 95 % festgelegt. Der Entwurf einer Regelkarte für das ISTU-Labor ist in Anhang C Tabelle C-1 dargestellt.

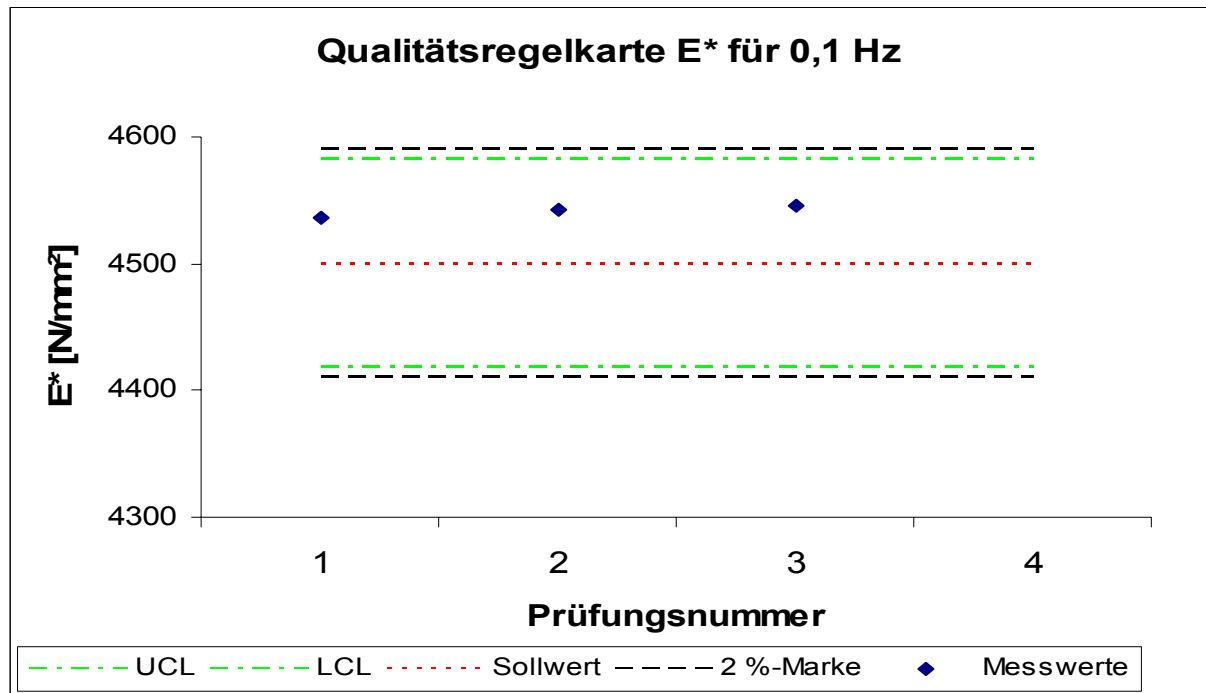


Abbildung 50: Schema einer Regelkarte für den Kalibrierversuch am 4 PBB für den Kalibrierkörper aus Teflon

Legende:

UCL Obere Überwachungsgrenze (Eingriffs- oder Warngrenze)

LCL Untere Überwachungsgrenze (Eingriffs- oder Warngrenze)

8.6 Zusammenfassung aller Messunsicherheiten

Das Messergebnis ist in der Form $Y = y \pm U$ anzugeben. U wird als erweiterte Messunsicherheit bezeichnet und errechnet sich aus der Standardunsicherheit u und dem Erweiterungsfaktor k . Um ein Vertrauensniveau von 95 % zu gewährleisten wurde k gleich 2 gewählt.

- $k = 2$

Tabelle 26: Zusammenfassung der Ermittlungsergebnisse für das Dynamische Scherrheometer

Komplexer Schermodul für B50/70, 50 °C:	$G^* = 15483,67 \text{ Pa} \pm 4806,736 \text{ Pa}$
Phasenverschiebungswinkel für B50/70, 50 °C:	$\delta = 81,72^\circ \pm 1,72^\circ$
Komplexer Schermodul für B50/70, 60 °C	$G^* = 3580,41 \text{ Pa} \pm 858,62 \text{ Pa}$
Phasenverschiebungswinkel für B50/70, 60 °C:	$\delta = 85,32^\circ \pm 1,66^\circ$
Komplexer Schermodul für PmB45, 50 °C:	$G^* = 23869,36 \text{ Pa} \pm 6492,644 \text{ Pa}$
Phasenverschiebungswinkel für PmB45, 50 °C:	$\delta = 71,67^\circ \pm 2,1^\circ$
Komplexer Schermodul für PmB45, 60 °C	$G^* = 6474,76 \text{ Pa} \pm 1324,34 \text{ Pa}$
Phasenverschiebungswinkel für PmB45, 60 °C:	$\delta = 75,21^\circ \pm 2,72^\circ$

Tabelle 27: Zusammenfassung der Ermittlungsergebnisse für die Nadelpenetration

Eindringtiefe für B50/70	53,82 mm \pm 4,62 mm
Eindringtiefe für PmB 45	44,85 mm \pm 3,38 mm

Tabelle 28: Zusammenfassung der Ermittlungsergebnisse des komplexen Modul E^* für den Kalibrierversuch 4 PBB mit dem Kalibrierkörper aus Aluminium und einem Einspannmoment von 250 Ncm

Frequenz	komplexer Modul E^*	Phasenwinkel Φ
0,1 Hz	$E^* = 77641 \text{ N/mm}^2 \pm 725 \text{ N/mm}^2$	$\Phi = 0,14^\circ \pm 1,27E-02^\circ$
1 Hz	$E^* = 77776 \text{ N/mm}^2 \pm 458 \text{ N/mm}^2$	$\Phi = 0,05^\circ \pm 1,55E-02^\circ$
2 Hz	$E^* = 77793 \text{ N/mm}^2 \pm 430 \text{ N/mm}^2$	$\Phi = 0,02^\circ \pm 1,40E-03^\circ$
5 Hz	$E^* = 77750 \text{ N/mm}^2 \pm 511 \text{ N/mm}^2$	$\Phi = -0,03^\circ \pm 2,05E-02^\circ$
8 Hz	$E^* = 77639 \text{ N/mm}^2 \pm 730 \text{ N/mm}^2$	$\Phi = -0,08^\circ \pm 1,62E-02^\circ$
10 Hz	$E^* = 77579 \text{ N/mm}^2 \pm 847 \text{ N/mm}^2$	$\Phi = -0,12^\circ \pm 5,95E-03^\circ$
15 Hz	$E^* = 77250 \text{ N/mm}^2 \pm 1503 \text{ N/mm}^2$	$\Phi = -0,18^\circ \pm 2,37E-03^\circ$
20 Hz	$E^* = 76695 \text{ N/mm}^2 \pm 2610 \text{ N/mm}^2$	$\Phi = -0,18^\circ \pm 2,08E-02^\circ$
30 Hz	$E^* = 76474 \text{ N/mm}^2 \pm 3051 \text{ N/mm}^2$	$\Phi = -0,23^\circ \pm 3,75E-02^\circ$
40 Hz	$E^* = 74923 \text{ N/mm}^2 \pm 6153 \text{ N/mm}^2$	$\Phi = -0,37^\circ \pm 1,13E-02^\circ$

Tabelle 29: Zusammenfassung der Ermittlungsergebnisse des komplexen Modul E^* für den Kalibrierversuch 4 PBB mit dem Kalibrierkörper aus Teflon und einem Einspannmoment von 250 Ncm

Frequenz	komplexer Modul E^*	Phasenwinkel Φ
0,1 Hz	$E^* = 4541 \text{ N/mm}^2 \pm 82 \text{ N/mm}^2$	$\Phi = 1,16^\circ \pm 2,39E-02^\circ$
1 Hz	$E^* = 4644 \text{ N/mm}^2 \pm 289 \text{ N/mm}^2$	$\Phi = 0,93^\circ \pm 1,07E-02^\circ$
2 Hz	$E^* = 4671 \text{ N/mm}^2 \pm 342 \text{ N/mm}^2$	$\Phi = 0,85^\circ \pm 3,14E-02^\circ$
5 Hz	$E^* = 4700 \text{ N/mm}^2 \pm 399 \text{ N/mm}^2$	$\Phi = 0,77^\circ \pm 1,97E-02^\circ$
8 Hz	$E^* = 4706 \text{ N/mm}^2 \pm 411 \text{ N/mm}^2$	$\Phi = 0,71^\circ \pm 1,65E-02^\circ$
10 Hz	$E^* = 4704 \text{ N/mm}^2 \pm 409 \text{ N/mm}^2$	$\Phi = 0,68^\circ \pm 1,86E-02^\circ$
15 Hz	$E^* = 4681 \text{ N/mm}^2 \pm 363 \text{ N/mm}^2$	$\Phi = 0,63^\circ \pm 2,4E-02^\circ$
20 Hz	$E^* = 4620 \text{ N/mm}^2 \pm 241 \text{ N/mm}^2$	$\Phi = 0,72^\circ \pm 3,89E-02^\circ$
30 Hz	$E^* = 4670 \text{ N/mm}^2 \pm 340 \text{ N/mm}^2$	$\Phi = 0,98^\circ \pm 2,23E-02^\circ$
40 Hz	$E^* = 4523 \text{ N/mm}^2 \pm 46 \text{ N/mm}^2$	$\Phi = 0,39^\circ \pm 4,57E-02^\circ$

Tabelle 30: Zusammenfassung der Ermittlungsergebnisse für die Rohdichtebestimmung des Mischgutes SMA11-PmB45/80-65-Diabas

Rohdichte mit Wasser	$\rho = 2528,62 \text{ kg/m}^3 \pm 19,7 \text{ kg/m}^3$
----------------------	---

Tabelle 31: Zusammenfassung der Ermittlungsergebnisse des Biegebalken-Rheometers

Biegesteifigkeit S bei -12 °C:	$S = 114,45 \text{ MPa} \pm 6,78 \text{ MPa}$
m-Wert bei -12 °C:	$m\text{-Wert} = 0,44 \pm 0,0126$
Biegesteifigkeit S bei -18 °C:	$S = 267,87 \text{ MPa} \pm 18,86 \text{ MPa}$
m-Wert bei -18 °C:	$m\text{-Wert} = 0,34 \pm 0,0112$
Biegesteifigkeit S bei -24 °C:	$S = 512 \text{ MPa} \pm 93,34 \text{ MPa}$
m-Wert bei -24 °C:	$m\text{-Wert} = 0,2315 \pm 0,0382$

9. Zusammenfassung

Durch die zunehmenden Anforderungen an die Qualität einer Messung reicht es oft nicht aus, nur ein Messergebnis zu dokumentieren. Eine Aussage über die Qualität einer Messung kann nur zusammen mit der Angabe einer Messunsicherheit gemacht werden. Im Rahmen eines Qualitätsmanagementsystems ist es für Prüflaboratorien von Bedeutung, Verfahren zu implementieren, die es ermöglichen, eine Messunsicherheit für ein Prüfverfahren abzuschätzen. Die vorliegende Arbeit befasst sich im ersten Teil mit den jeweiligen Möglichkeiten, die Messunsicherheit zu bestimmen. Im zweiten Teil erfolgt, anhand ausgewählter Versuche, eine Umsetzung von einzelnen Methoden für die Bestimmung der Messunsicherheit.

Schwankungen im Messergebnis können durch zufällige und systematische Abweichungen erklärt werden. Zufällige Abweichungen treten bei jeder Messung auf. Die systematische Abweichung beschreibt die Differenz zwischen dem Mittelwert eines Messergebnisses und dem wahren Wert der gemessenen Größe.

9.1 Methoden für die Bestimmung der Messunsicherheit

Die Methode des GUM (englische Übersetzung des Leitfadens zur Angabe der Messunsicherheit beim Messen) ist eines der ersten Verfahren, das für die Bestimmung der Unsicherheit bei Messverfahren veröffentlicht wurde. Es beruht auf einem mathematischen Modell des Prüfverfahrens. Den einzelnen Eingangsgrößen des Modells wird eine Standardunsicherheit zugewiesen. Es wird dabei nach zwei Arten, je nachdem wie die Standardunsicherheit der Eingangsgröße ermittelt wurde, unterschieden. Ist eine statistische Analyse der Eingangsgröße möglich, so spricht man von Typ A. Dabei wird die Standardunsicherheit direkt aus der aktuellen Messung bestimmt. Bei der Bestimmung der Standardunsicherheit nach Typ B werden externe Quellen herangezogen. Die einzelnen Eingangsgrößen werden anschließend zu einer kombinierten Standardunsicherheit für das Messergebnis zusammengefasst.

Aufgrund komplexer Messverfahren, die computergesteuert ausgeführt werden, ist es nicht immer möglich, ein mathematisches Modell für das Prüfverfahren aufzustellen. Die Genauigkeit eines Messverfahrens kann dann über die Kennwerte *Präzision* und *Richtigkeit* beschrieben werden. Zufällige Abweichungen werden über die Präzision erfasst. Systematische Abweichungen werden über die Richtigkeit beschrieben. Mit diesen beiden Kennwerten lässt sich eine Gesamtmessunsicherheit mit Hilfe der Methode der Validierung bestimmen. Mit einem Referenzobjekt wird sowohl die Präzision als auch die Richtigkeit bestimmt.

Eine weitere Methode für die Bestimmung der Messunsicherheit ist die Ermittlung der Wiederholpräzision und die Vergleichpräzision aus Ringversuchen. Die Vergleichpräzision aus Ringversuchen kann als Messunsicherheit herangezogen werden.

Mit Hilfe der Validierung lassen sich mögliche Quellen, die einen Einfluss auf das Messergebnis haben effizient untersuchen. Die Erstellung von Checklisten für Prüfverfahren wird dadurch erleichtert, da mögliche Quellen gezielt untersucht werden. Mit Hilfe von Ringversuchen wird es einem Laboratorium erleichtert die eigene Wiederholpräzision bei Prüfverfahren mit anderen Laboratorien zu vergleichen. Weiters lässt sich dadurch der Einfluss des Laboranten auf das Messergebnis erkennen.

9.2 Messunsicherheit ausgewählter Versuche

Im zweiten Teil der Arbeit werden anhand ausgewählter Versuche, die regelmäßig im Labor des Institutes für Straßenbau und Straßenerhaltung (ISTU) durchgeführt werden, einige Methoden umgesetzt. Für die jeweiligen Prüfverfahren wird ein kurzer Überblick über das Messprinzip und die Durchführung der Messung gegeben, um eventuelle Quellen der Messunsicherheit aufzuzeigen.

Biegebalkenrheometer

Die Einwirkung auf das Messergebnis durch unterschiedliche Chargen wird für den Versuch „Biegebalkenrheometer“ untersucht. Mit Hilfe des Biegebalkenrheometer wird das Tieftemperaturverhalten von Bitumen beschrieben. Dabei werden die Messgrößen Biegekriechsteifigkeit und der m-Wert bestimmt.

Die Wiederholpräzisionen für die ermittelte Steifigkeit S und für den m-Wert wurden mit jenen Werten aus der Norm verglichen. Dabei wurden alle Grenzwerte außer bei einer Temperatur von -24 °C eingehalten. Weiters erkennt man, dass die Charge keinen Einfluss auf die Messunsicherheit hat. Die Prüftemperatur hat den größten Einfluss auf das Messergebnis, je tiefer die Temperatur ist desto größer wird die Messunsicherheit. Außerdem steigt die Wiederholpräzision zwischen den Wiederholmessungen stark an. Je tiefer die Temperatur ist desto steifer ist das Bitumen, desto größer ist der Einfluss auf die Durchbiegung des Balkens. Bei tiefen Temperaturen könnte sich auch eine unterschiedliche lange Lagerung im Ethanolbad bereits stark auf die Messunsicherheit auswirken.

Nadelpenetration

Für den Versuch Nadelpenetration werden Daten aus einem Ringversuch aus dem Jahre 2005, an dem das ISTU-Labor teilnahm, ausgewertet. Der Ringversuch wurde an dem Bitumen B50/70 und PmB 45 durchgeführt. Mit Hilfe der Nadelpenetration wird die Härte von Bitumen bestimmt. Bei diesem Versuch wird die Wegstrecke gemessen, die eine Nadel in dem Prüfkörper in einer bestimmten Zeit zurücklegt.

Mögliche Unsicherheitsquellen sind die Probekörpervorbereitung sowie der Laborant des Versuches. Ein großer Anteil der Messunsicherheit wird der Abweichung der Messergebnisse zum Mittelwert der Laboratorien zugeordnet. Die Messunsicherheit wird stark von dem Laborant beeinflusst. Bei einem härteren Bitumen ist die Messunsicherheit geringer. Die Wiederholpräzision wird kaum von der Härte des Bitumen beeinflusst. Die Vergleichspräzision ist bei einem härteren Bitumen geringer, dadurch sinkt die Messunsicherheit.

Dynamisches Scherrheometer

Für den Versuch Dynamisches Scherrheometer wurden ebenfalls Daten aus einem Ringversuch ausgewertet. Für die Bitumen B50/70 und PmB 45 wurden bei den Temperaturen 50 °C und 60 °C der komplexe Schermodul G^* und der Phasenverschiebungswinkel δ bestimmt. Durch den komplexen Schermodul G^* und den Phasenverschiebungswinkel δ wird die Elastizität und Steifigkeit eines Bitumens beschrieben.

Mögliche Einflussfaktoren der Messunsicherheit sind der Laborant, die Probekörperherstellung, die Härte des Bitumens. Die Messunsicherheit für den komplexen Scher-

modul sinkt bei Abnahme des komplexen Schermoduls. Bei einem schwer verformbaren Bitumen ist die Messunsicherheit bei gleicher Prüftemperatur höher als bei einem leicht verformbaren Bitumen. Die Messunsicherheit für den Phasenverschiebungswinkel Bei Abnahme des Phasenverschiebungswinkels sinkt die Messunsicherheit für diesen. Bei beiden Bitumensorten ist zu erkennen, dass mit steigender Temperatur der komplexe Schermodul abnimmt und dadurch auch die Messunsicherheit sinkt.

Rohdichtebestimmung mit Wasser

Es wurde die Rohdichte für die Mischgutsorte SMA11-PmB 45/80-65-Diabas mittels Wasser bestimmt. Dabei wurden mögliche Auswirkungen auf das Messergebnis durch unterschiedliche Laboranten untersucht. Die Vergleichspräzision beträgt 1,03 % vom bestimmten Mittelwert. Der Einfluss des Laboranten ist zwar gegeben, hält sich aber im Bezug auf den Gesamtmittelwert eher in Grenzen.

Kalibrierung 4PBB

Beim „4-Punkt-Biegebalken“ wird ein Steifigkeitsversuch an zwei Kalibrierkörpern durchgeführt. Dabei wird der Einfluss des Einspannmomentes auf das Messergebnis untersucht. Bei den beiden Kalibrierkörpern handelt es sich um Aluminium und Teflon. Bei beiden Materialien erkennt man, dass sich die Standardabweichung bei Wiederholmessungen für den Steifigkeitsmodul auch bei einer Änderung des Einspannmomentes nur gering ändern. Den größten Einfluss auf die Messunsicherheit hat die systematische Abweichungskomponente, die in beiden Fällen in die Messunsicherheit mit eingerechnet wird. Der Kalibrierkörper aus Aluminium weist für den Steifigkeitsmodul bei einem Einspannmoment von 250 Ncm die geringste Messunsicherheit auf. Die Prüfung zeigte, dass die Messunsicherheiten für den Phasenwinkel eher gering sind. Weiters wurde festgestellt, dass der Kalibrierkörper aus Aluminium eine geringere Messunsicherheit aufweist als jener aus Teflon. Das verwendete Einspannmoment hat einen großen Einfluss auf den komplexen E-Modul E^* . Bei beiden Kalibrierkörpern zeigte sich, dass bei einem Einspannmoment von 250 Ncm die Messunsicherheit am geringsten ist. Weiters zeigte sich, dass die Messunsicherheit zwischen den Frequenzen stark schwankt. Bei dem Kalibrierkörper steigt die Messunsicherheit bis zu einer Frequenz von 8-10 Hz an und fällt dann wieder. Bei dem Kalibrierkörper aus Aluminium steigt die Messunsicherheit mit der Frequenz.

9.3 Einflüsse auf die Messunsicherheit und Ausblick

Bei Prüfverfahren mit Bitumen ist zu erkennen, dass die Härte des Bitumens bzw. die Prüftemperatur einen Einfluss auf die Messunsicherheit haben. Bei den Ringversuchen war zu erkennen, dass die unterschiedliche Handhabung der Prüfungen einen großen Einfluss auf die Unsicherheit eines Ergebnisses hat.

Prüfverfahren, wie z.B. die Rohdichtebestimmung, haben immer einen Einfluss durch den Laboranten. Bei geübten Mitarbeitern schwanken die Ergebnisse zwischen den Wiederholmessungen eher gering.

Bei den Prüfverfahren mit Bitumen sollte ein funktionaler Zusammenhang zwischen der Wiederhol- bzw. Vergleichspräzision und dem ermittelten Messwert überprüft werden, unabhängig um welches Bindemittel es sich handelt. Für das Prüfverfahren Dynamisches Scherrheometer ist ein eventueller Zusammenhang für den komplexen Scher-

modul G^* zu erkennen. Für eine statistische relevante Aussage müsste jedoch eine größere Grundgesamtheit vorhanden sein. Es ist daher wichtig die vorhandenen Daten der einzelnen Prüfverfahren aufzubereiten, um einen möglichen funktionalen Zusammenhang zwischen der Wiederholpräzision bzw. Vergleichpräzision zum gemessenen Gesamtmittelwert zu eruieren.

Der Einfluss des Einspannmomentes auf das Messergebnis ist beim 4-Punkt-Biegebalken nicht zu unterschätzen. Weiters sollte mit diesen Einspannmomenten (250 Ncm bei dem Kalibrierkörper aus Teflon und Aluminium) weitere Kalibrierungen durchgeführt werden, um eine größere Grundgesamtheit an Daten zu haben.

Um eine Aussage über die Qualität einer Messung treffen zu können, ist es unerlässlich, ein Verfahren für die Bestimmung der Messunsicherheit in das Qualitätsmanagementsystem zu implementieren. Mit Hilfe einer Verfahrensanweisung wird die Bestimmung der Messunsicherheit im Laboratorium dokumentiert und umgesetzt. Zusätzlich ist es wichtig, in regelmäßigen Abständen Messungen zur Qualitätssicherung durchzuführen, um zu gewährleisten, dass die angegebenen Messunsicherheiten auch eingehalten werden.

Literaturverzeichnis

- Adunka, F.: Messunsicherheiten Theorie und Praxis. Vulkan Verlag, Essen, 1998.
- Arbeitsanweisung des ISTU-Labor AA 001: Kalibrierung – Vier-Punkt-Biegebalken. 01.08.2005
- Arbeitsanweisung des ISTU-Labors AA 304: Bitumenprüfung – Bestimmung des komplexen Schermoduls und des Phasenwinkels mit dem Dynamischen Scherrheometer (DSR). 22.07.2005
- Arbeitsanweisung des ISTU-Labors AA 305: Bestimmung der Biegekriechsteifigkeit mit dem Biegebalkenrheometer. 24.01.2005
- Arbeitsanweisung des ISTU-Labors: Konventionelle Asphaltprüfung Bestimmung der maximalen Rohdichte. 24.02.2006
- ARBIT.: Auswertung der ARBIT-Ringanalyse 2005 – Anhänge. Stand 27.06.2006
- Blab, R.: Skriptum Strassenbautechnik Vertiefung. Institutes für Straßenbau und Straßenerhaltung, Wien, 2004
- Dietrich E., Schulze A.: Eignungsnachweis von Prüfprozessen, Prüfmittelfähigkeit und Messunsicherheit im aktuellen Normenumfeld. Carl Hanser Verlag, München, Wien, 2003
- DIN 1996-7.: Prüfung von Asphalt, Bestimmung von Rohdichte, Raumdichte, Hohlraumgehalt und Verdichtungsgrad. Ausgabe Dezember 1992
- DIN EN ISO/IEC 17025.: Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien (ISO/IEC 17025:2005). Deutsche und Englische Fassung EN ISO/IEC 17025:2005. Ausgabe August 2005
- DIN ISO 5725-1: Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen – Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe. Ausgabe November 1997
- DIN ISO 5725-2: Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messergebnissen – Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens. Ausgabe Dezember 2002
- DIN ISO 5725-3: Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messergebnissen – Teil 3: Präzisionsmaße eines vereinheitlichten Messverfahrens unter Zwischenbedingungen. Ausgabe Februar 2003
- DIN ISO 5725-4: Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messergebnissen – Teil 4: Grundlegende Methoden für die Ermittlung der Richtigkeit eines vereinheitlichten Messverfahrens. Ausgabe Januar 2003
- DIN ISO 5725-5: Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messergebnissen – Teil 5: Alternative Methoden für die Ermittlung der Präzision eines vereinheitlichten Messverfahrens. Ausgabe November 2002
- DIN ISO 5725-6: Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messergebnissen – Teil 6: Anwendung von Genauigkeitswerten in der Praxis. Ausgabe August 2002

- DIN: Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, Deutsche Übersetzung des „Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement“. 1. Auflage, Beuth Verlag GmbH, Berlin, Wien, Zürich, 1995
- DKD: DKD-3 Angabe der Messunsicherheit bei Kalibrierungen. Ausgabe Jänner 1998, http://www.dkd.eu/de/dkd_schriften/dkd_3/dkd_3.pdf [02.06.2007]
- EuroLab-Deutschland Chemische Analytik, Mess- und Prüftechnik.: Eurachem/CITAg Guide: Ermittlung der Messunsicherheit bei analytischen Messungen. 2 Auflage (Internetversion), Februar 2004, http://www.eurolab-d.bam.de/eurachem_dokumente/Ermittlung%20der%20Messunsicherheit%20bei%20analytischen%20Messungen..pdf [24.06.2007]
- EuroLab-Deutschland Chemische Analytik, Mess- und Prüftechnik.: Deutsche Ausgabe des EuroLab Technical Report 1/2006 „Guide to the evolution of measurement uncertainty for quantitative test results“. http://www.eurolab-d.bam.de/dokumente/TB_2_2006.pdf [24.06.2007]
- Litzka, J.: Studienblätter Straßenbau I. Institut für Straßenbau und Straßenerhaltung, Ausgabe 2000/20001
- Litzka, J., Strobl, R., Pass, F., und Augustin, H.: Gebrauchsverhaltensorientierte Bitumenprüfung. Mitteilungen des Institutes für Straßenbau und Straßenerhaltung, 9, TU Wien, 1998
- ÖNORM EN 12697-5: Asphalt – Prüfverfahren für Heißasphalt Teil 5: Bestimmung der Rohdichte. Ausgabe 01.01.2003
- ÖNORM EN 12697-26: Asphalt – Prüfverfahren für Heißasphalt Teil 26: Steifigkeit. Ausgabe 01.10.2004
- ÖNORM EN 14770: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel – Bestimmung des komplexen Schermodul und des Phasenwinkels – Dynamisches Scherrheometer (DSR). Ausgabe 01.01.2006
- ÖNORM EN 14771: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel – Bestimmung der Biegebiegesteifigkeit Biegebalkenrheometer (BBR). Ausgabe 01-08-2005
- Sachs, L.: Angewandte Statistik, Anwendung statistischer Methoden. Siebente, völlig neu bearbeitete Auflage, Springer-Verlag Berlin, Heidelberg, New York, 1992

Anhang A: Grenzwerte für Ausreißertests

Tabelle A-1: Grenzwerte für Cochran-Test (DIN ISO 5725-2, 2002)

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
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 Labors zu einem gegebenen Merkmalsniveau
 n = Anzahl der Ermittlungsergebnisse je Zelle (siehe 7.3.3.3)

Tabelle A-2: Grenzwerte für Grubbs-Test (DIN ISO 5725-2, 2002)

p	Einzelner größter oder einzelner kleinster Wert		Zwei größte oder zwei kleinste Werte	
	oben 1 %	oben 5 %	unten 1 %	unten 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
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
40	3,381	3,036	0,586 2	0,644 5

Wiedergegeben mit Erlaubnis der American Statistical Association nach [4] im Anhang C.

p = Anzahl der Labors zu einem gegebenen Merkmalsniveau

Tabelle A-3: Grenzwerte für Mandel Signifikanzniveau 1 % (DIN ISO 5725-2, 2002)

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
25	2,42	2,47	2,08	1,90	1,79	1,71	1,65	1,60	1,56	1,53
26	2,43	2,48	2,09	1,90	1,79	1,71	1,65	1,60	1,56	1,53
27	2,44	2,48	2,09	1,90	1,79	1,71	1,65	1,60	1,56	1,53
28	2,44	2,49	2,09	1,91	1,79	1,71	1,65	1,60	1,57	1,53
29	2,45	2,49	2,09	1,91	1,79	1,71	1,65	1,60	1,57	1,53
30	2,45	2,49	2,10	1,91	1,79	1,71	1,65	1,61	1,57	1,53

p = Anzahl der Labors zu einem gegebenen Merkmalsniveau
 n = Anzahl der Wiederholmessungen innerhalb jedes Labors bei diesem Merkmalsniveau
ANMERKUNG Zur Verfügung gestellt von Dr. J. Mandel und veröffentlicht mit seiner Erlaubnis.

Tabelle A-4: Grenzwerte für Mandel 5 % Signifikanzniveau (DIN ISO 5725-2, 2002)

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
25	2,42	2,47	2,08	1,90	1,79	1,71	1,65	1,60	1,56	1,53
26	2,43	2,48	2,09	1,90	1,79	1,71	1,65	1,60	1,56	1,53
27	2,44	2,48	2,09	1,90	1,79	1,71	1,65	1,60	1,56	1,53
28	2,44	2,49	2,09	1,91	1,79	1,71	1,65	1,60	1,57	1,53
29	2,45	2,49	2,09	1,91	1,79	1,71	1,65	1,60	1,57	1,53
30	2,45	2,49	2,10	1,91	1,79	1,71	1,65	1,61	1,57	1,53

p = Anzahl der Labors zu einem gegebenen Merkmalsniveau
 n = Anzahl der Wiederholmessungen innerhalb jedes Labors bei diesem Merkmalsniveau
ANMERKUNG Zur Verfügung gestellt von Dr. J. Mandel und veröffentlicht mit seiner Erlaubnis.

Tabelle A-5: Faktoren f(n) für die kritische Spannweite (DIN ISO 5725-6, 2002)

n	f(n)	n	f(n)
2	2,8	25	5,2
3	3,3	26	5,2
4	3,6	27	5,2
5	3,9	28	5,3
6	4	29	5,3
7	4,2	30	5,3
8	4,3	31	5,3
9	4,4	32	5,3
10	4,5	33	5,4
11	4,6	34	5,4
12	4,6	35	5,4
13	4,7	36	5,4
14	4,7	37	5,4
15	4,8	38	5,5
16	4,8	39	5,5
17	4,9	40	5,5
18	4,9	45	5,6
19	5	50	5,6
20	5	60	5,8
21	5	70	5,9
22	5,1	80	5,9
23	5,1	90	6,0
24	5,1	100	6,1
<p>Anmerkung: Der Faktor f(n) für die kritische Spannweite ist das 95%-Quantil der Verteilung von $(x_{\max}-x_{\min})/\sigma$, wobei x_{\max} und x_{\min} die Extremwerte in einer Stichprobe des Umfangs n aus einer Normalverteilung mit der Standardabweichung σ sind</p>			

Anhang B: Daten

Tabelle B-1: BBR, Messwerte der Bitumensorte B70/100

	S [MPa]	S [MPa]	m- Wert	m-Wert	Mittelwert S [MPa]	Standardabweichung S [MPa]	Mittelwert m-Wert	Standardabweichung m-Wert
<i>8 s / -12 °C</i>								
19.11.2004	221	232	0,34	0,345	226,5	7,8	0,3425	0,004
23.04.2007	272	261	0,304	0,306	266,4	7,9	0,3053	0,002
<i>8 s / -18 °C</i>								
19.11.2004	500	471	0,242	0,238	485,5	20,5	0,2400	0,003
06.06.2006	482	456	0,240	0,246	469,1	17,9	0,2427	0,004
23.04.2007	483	501	0,229	0,241	492,3	12,8	0,2352	0,008
07.06.2005	462		0,22		462,0		0,2200	
<i>8 s / -24 °C</i>								
19.11.2004	679	821	0,129	0,162	750,0	100,4	0,1455	0,023
<i>15 s / -12 °C</i>								
19.11.2004	176	185	0,377	0,379	180,5	6,4	0,3780	0,001
23.04.2007	222	213	0,344	0,342	217,3	6,5	0,3428	0,001
<i>15 s / -18 °C</i>								
19.11.2004	425	401	0,274	0,269	413,0	17,0	0,2715	0,004
06.06.2006	410	387	0,274	0,283	398,5	16,8	0,2784	0,006
23.04.2007	414	426	0,263	0,273	420,2	8,9	0,2684	0,007
07.06.2005	398		0,253		398,0		0,2530	
<i>15 s / -24 °C</i>								
19.11.2004	620	736	0,157	0,188	678,0	82,0	0,1725	0,022
<i>30 s / -12 °C</i>								
19.11.2004	134	140	0,418	0,416	137,0	4,2	0,4170	0,001
23.04.2007	172	166	0,387	0,381	168,9	4,7	0,3843	0,005
<i>30 s / -18 °C</i>								
19.11.2004	348	329	0,309	0,303	338,5	13,4	0,3060	0,004
06.06.2006	335	314	0,305	0,313	324,8	14,9	0,3089	0,006
23.04.2007	340	349	0,301	0,309	344,4	5,9	0,3050	0,005
07.06.2005	330		0,289		330,0		0,2890	
<i>30 s / -24 °C</i>								
19.11.2004	551	640	0,187	0,216	595,5	62,9	0,2015	0,021
<i>60 s / -12 °C</i>								
19.11.2004	98,7	104	0,459	0,453	101,4	3,7	0,4560	0,004
23.04.2007	130	125	0,431	0,420	127,6	3,0	0,4257	0,008
<i>60 s / -18 °C</i>								
19.11.2004	277	264	0,345	0,337	270,5	9,2	0,3410	0,006
06.06.2006	269	251	0,336	0,346	259,7	12,9	0,3408	0,007
23.04.2007	273	278	0,339	0,344	275,3	3,8	0,3415	0,004
07.06.2005	266		0,325		266,0		0,3250	
<i>60 s / -24 °C</i>								
19.11.2004	479	545	0,218	0,245	512,0	46,7	0,2315	0,019
<i>120 s / -12 °C</i>								
19.11.2004	70,8	75	0,499	0,49	72,9	3,0	0,4945	0,006
23.04.2007	95	92	0,475	0,459	93,6	1,6	0,4671	0,011
<i>120 s / -18 °C</i>								
19.11.2004	216	206	0,38	0,372	211,0	7,1	0,3760	0,006
06.06.2006	211	195	0,370	0,384	202,5	11,3	0,3770	0,010
23.04.2007	213	216	0,377	0,380	214,5	2,6	0,3781	0,002
07.06.2005	210		0,361		210,0		0,3610	
<i>120 s / -24 °C</i>								
19.11.2004	407	455	0,248	0,274	431,0	33,9	0,2610	0,018
<i>240 s / -12 °C</i>								
19.11.2004	49,3	52,7	0,54	0,527	51,0	2,4	0,5335	0,009
23.04.2007	67	66	0,519	0,498	66,7	0,5	0,5085	0,014
<i>240 s / -18 °C</i>								
19.11.2004	164	158	0,415	0,406	161,0	4,2	0,4105	0,006
06.06.2006	161	147	0,399	0,414	154,1	9,7	0,4063	0,011
23.04.2007	162	164	0,414	0,415	163,0	1,8	0,4147	0,000
07.06.2005	162		0,396		162,0		0,3960	
<i>240 s / -24 °C</i>								
19.11.2004	339	373	0,279	0,303	356,0	24,0	0,2910	0,017

Tabelle B-2: Wiederholpräzision r in [%] des Mittelwertes, Steifigkeit

Temperatur [°C]	Wiederholpräzision r [%]		
	Messdatum		
	19.11.2004	06.06.2006	23.04.2007
-12	5,23		3,32
-18	4,81	7,04	1,97

Tabelle B-3: Wiederholpräzision r in [%] des Mittelwertes, m-Wert

Temperatur [°C]	Wiederholpräzision r [%]		
	Messdatum		
	19.11.2004	06.06.2006	23.04.2007
-12	1,32		2,59
-18	2,35	2,92	1,50

Tabelle B-4: Wiederholpräzision

Temperatur [°C]	Gesamtmittelwert S [MPa]	Standardabweichung S [MPa]	Gesamtmittelwert m	Standardabweichung m-Wert	V _S [%]	V _{m-Wert} [%]
-12	114,45	3,39	0,44	0,0063	2,96	1,42
-18	267,87	9,43	0,34	0,0056	3,51	1,67
-24	512	46,67	0,2315	0,0191	9,11	8,25

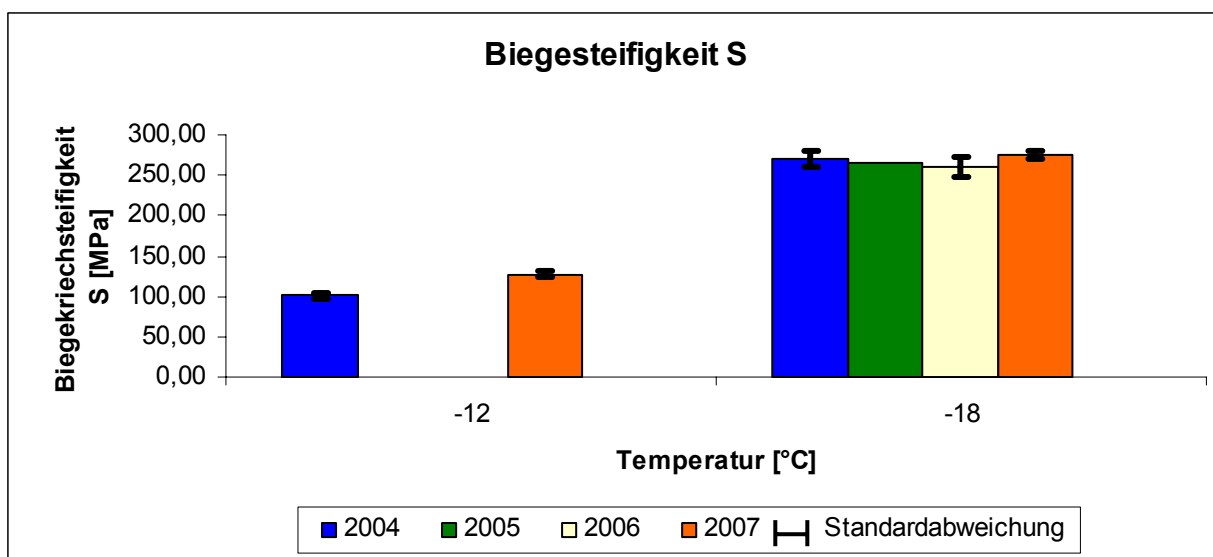


Abbildung B-1: BBR, Ermittelte Biegesteifigkeit S der einzelnen Jahren für die Temperaturen -12 °C und -18°C

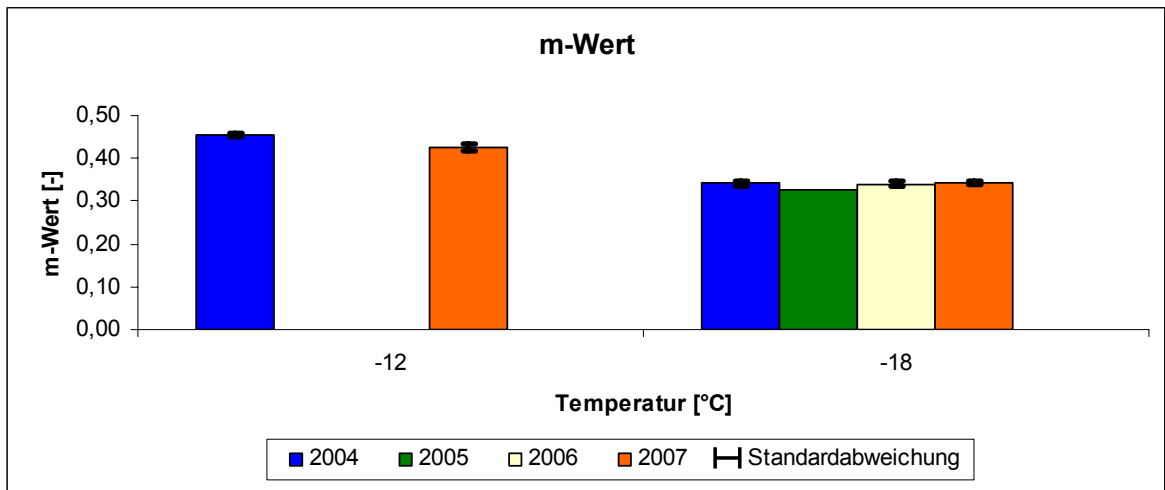


Abbildung B-2: BBR, Ermittelte m-Wert der einzelnen Jahren für die Temperaturen -12 °C und -18°C

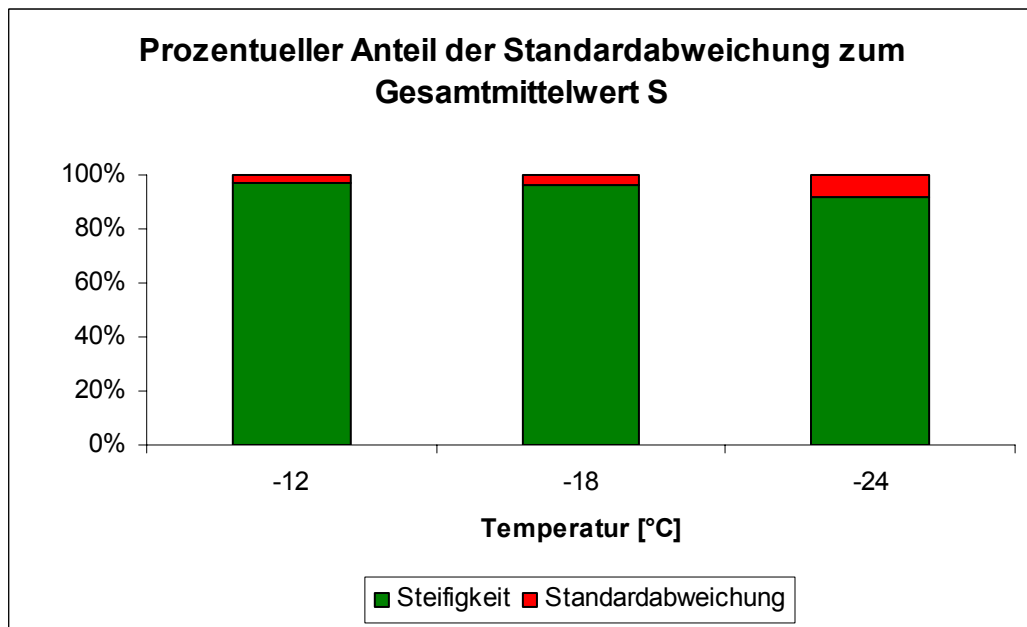


Abbildung B-3: BBR, Prozentueller Anteil der Wiederholstandardabweichung zum m-Wert für die Temperaturen -12°C, -18 °C, -24 °C

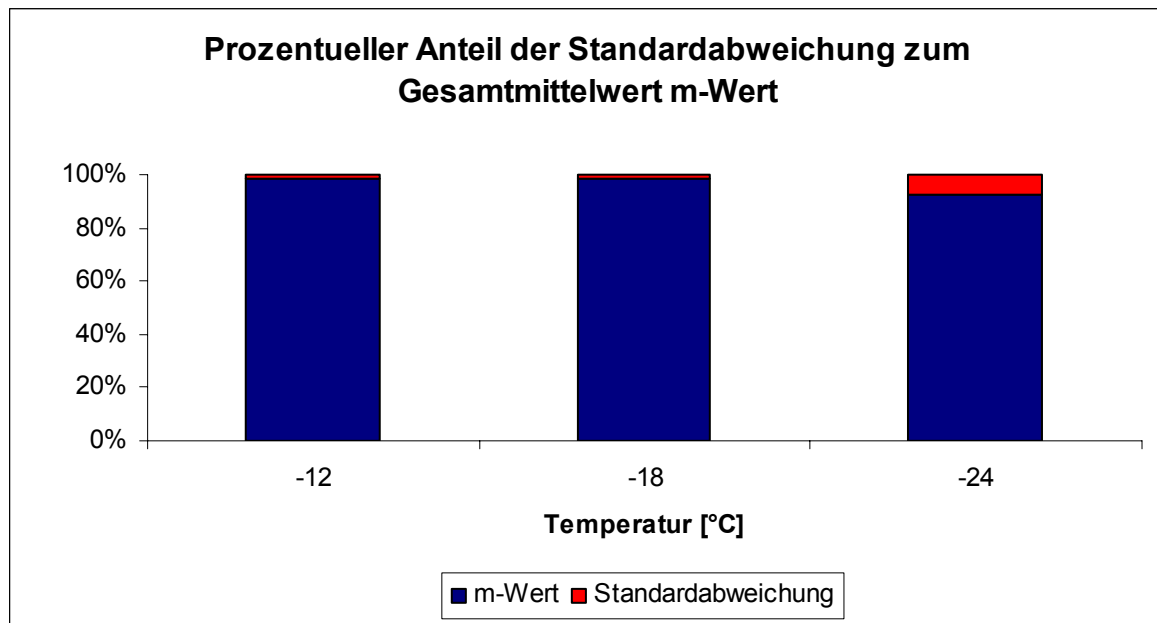


Abbildung B-4: BBR, Prozentueller Anteil der Wiederholstandardabweichung zur Biegesteifigkeit S für die Temperaturen -12°C, -18 °C, -24 °C

Tabelle B-5: Nadelpenetration B50/70, (ARBIT, 2006)

Labor	Messwerte [mm]						Mittelwert [mm]	Standardabweichung [mm]
	1	2	3	1	2	3		
1	54,0	54,0	54,0	54,0	54,0	55,0	54,00	0,00
2	54,6	55,0	55,0	54,6	54,9	54,7	54,87	0,23
3	54,0	54,0	55,0	54,0	54,0	54,0	54,33	0,58
4	50,0	51,0	51,0	51,0	53,0	51,0	50,67	0,58
5	55,0	55,0	54,8	55,0	54,0	54,5	54,93	0,12
6	55,4	54,0	54,0	54,0	55,0	54,3	54,47	0,81
7	54,0	53,0	54,0	54,0	54,0	53,0	53,67	0,58
8	58,5	60,8	59,0	61,8	60,3	59,7	59,43	1,21
9	52,0	52,0	53,0	53,0	53,0	52,0	52,33	0,58
10	57,0	56,0	57,0	57,0	57,0	56,0	56,67	0,58
11	53,0	54,0	53,0	52,0	53,0	52,0	53,33	0,58
12	50,7	50,8	50,8	50,0	50,5	50,9	50,77	0,06
13	55,0	55,0	53,0	55,0	55,0	54,0	54,33	1,15
14	53,2	53,8	53,2	53,1	53,8	53,1	53,40	0,35
15	52,8	53,0	53,2	53,1	52,9	53,0	53,00	0,20
16	53,0	54,0	53,0	53,0	53,0	53,0	53,33	0,58
17	51,0	51,0	49,0	49,0	49,0	49,0	50,33	1,15
18	51,4	50,4	50,4	51,1	50,1	50,2	50,73	0,58
19	52,0	52,0	52,0	53,0	53,0	53,0	52,00	0,00
20	55,0	53,0	52,0	51,0	54,0	52,0	53,33	1,53
21	57,0	57,0	58,0	58,0	58,0	58,0	57,33	0,58
22	55,0	57,0	57,0	57,0	57,0	57,0	56,33	1,15
23	54,0	53,0	53,0	53,0	54,0	54,0	53,33	0,58
24	54,0	54,0	55,0	53,0	53,0	53,0	54,33	0,58

Tabelle B-6: Nadelpenetration PmB 45, (ARBIT, 2006)

Labor	Messwerte [mm]						Mittelwert [mm]	Standardabweichung [mm]
	1	2	3	1	2	3		
1	44,0	44,0	45,0	45,0	45,0	45,0	44,33	0,58
2	45,3	46,2	44,8	46,3	44,9	45,4	45,43	0,71
3	46,0	46,0	45,0	46,0	46,0	45,0	45,67	0,58
4	40,0	41,0	41,0	42,0	42,0	42,0	40,67	0,58
5	45,0	45,0	45,0	45,0	46,0	45,5	45,00	0,00
6	44,4	44,8	44,5	44,5	44,9	44,5	44,57	0,21
7	45,0	46,0	45,0	45,0	45,0	45,0	45,33	0,58
8	46,6	47,5	47,7	47,6	47,0	46,7	47,27	0,59
9	44,0	45,0	44,0	44,0	44,0	44,0	44,33	0,58
10	48,0	47,0	46,0	46,0	47,0	46,0	47,00	1,00
11	45,0	45,0	44,0	43,0	44,0	44,0	44,67	0,58
12	43,3	43,0	42,6	43,6	43,2	42,8	42,97	0,35
14	43,5	43,5	43,2	44,2	43,9	43,5	43,40	0,17
16	47,0	47,0	47,0	47,0	47,0	47,0	47,00	0,00
17	43,0	42,0	43,0	42,0	42,0	42,0	42,67	0,58
18	43,8	45,3	45,5	43,9	44,0	44,2	44,87	0,93
19	44,0	45,0	44,0	44,0	44,0	45,0	44,33	0,58
20	42,0	44,0	45,0	42,0	45,0	43,0	43,67	1,53
21	46,0	46,0	47,0	47,0	48,0	47,0	46,33	0,58
22	47,0	47,0	46,0	45,0	44,0	44,0	46,67	0,58
23	45,0	44,0	44,0	44,0	43,0	44,0	44,33	0,58
24	45,0	46,0	44,0	45,0	45,0	46,0	45,00	1,00

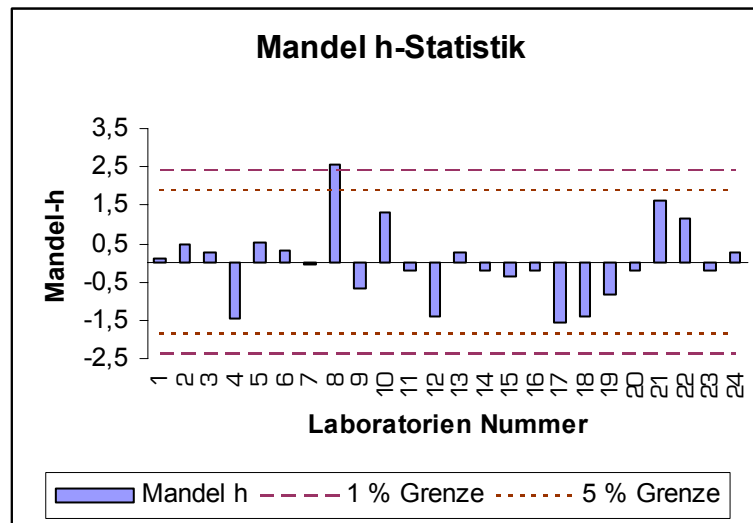


Abbildung B-5: Mandel-h-Statistik-Vergleich, Nadelpenetration, Bitumen B50/70

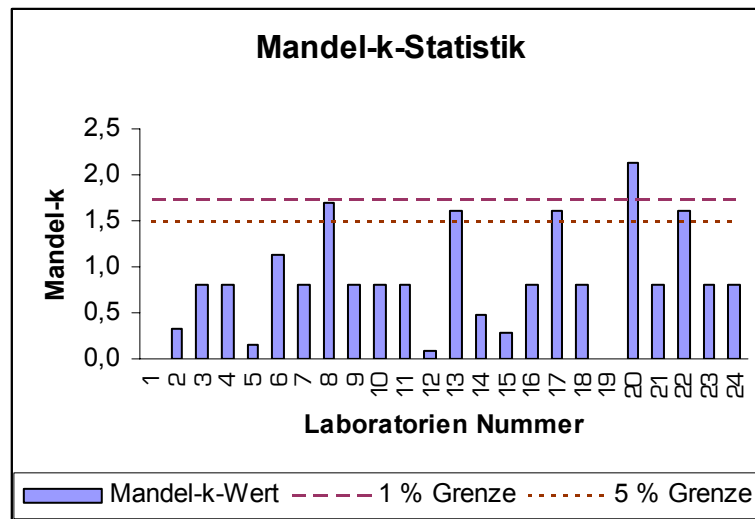


Abbildung B-6: Mandel-k-Statistik-Vergleich, Nadelpenetration, Bitumen B50/70

Tabelle B-7: Prüfgröße Nadelpenetration B50/70

Tabelle B-7a) Messwerte, Mittelwerte und Standardabweichung

Labor	Messwerte [mm]						Mittelwert [mm]	Standardabw [mm].	Fast-/stat.- Ausreißer
	1	2	3	1	2	3			
1	54,0	54,0	54,0	54,0	54,0	55,0	54,00	0,00	
2	54,6	55,0	55,0	54,6	54,9	54,7	54,87	0,23	
3	54,0	54,0	55,0	54,0	54,0	54,0	54,33	0,58	
4	50,0	51,0	51,0	51,0	53,0	51,0	50,67	0,58	
5	55,0	55,0	54,8	55,0	54,0	54,5	54,93	0,12	
6	55,4	54,0	54,0	54,0	55,0	54,3	54,47	0,81	
7	54,0	53,0	54,0	54,0	54,0	53,0	53,67	0,58	
8	58,5	60,8	59,0	61,8	60,3	59,7	59,43	1,21	
9	52,0	52,0	53,0	53,0	53,0	52,0	52,33	0,58	
10	57,0	56,0	57,0	57,0	57,0	56,0	56,67	0,58	
11	53,0	54,0	53,0	52,0	53,0	52,0	53,33	0,58	
12	50,7	50,8	50,8	50,0	50,5	50,9	50,77	0,06	
13	55,0	55,0	53,0	55,0	55,0	54,0	54,33	1,15	
14	53,2	53,8	53,2	53,1	53,8	53,1	53,40	0,35	
15	52,8	53,0	53,2	53,1	52,9	53,0	53,00	0,20	
16	53,0	54,0	53,0	53,0	53,0	53,0	53,33	0,58	
17	51,0	51,0	49,0	49,0	49,0	49,0	50,33	1,15	
18	51,4	50,4	50,4	51,1	50,1	50,2	50,73	0,58	
19	52,0	52,0	52,0	53,0	53,0	53,0	52,00	0,00	
20	55,0	53,0	52,0	51,0	54,0	52,0	53,33	1,53	**
21	57,0	57,0	58,0	58,0	58,0	58,0	57,33	0,58	
22	55,0	57,0	57,0	57,0	57,0	57,0	56,33	1,15	
23	54,0	53,0	53,0	53,0	54,0	54,0	53,33	0,58	
24	54,0	54,0	55,0	53,0	53,0	53,0	54,33	0,58	

Tabelle B-7b) Grafische Vereinbarkeitsprüfung nach Mandel

Grenzwerte für Mandel (gemäß Tabelle A-3 und Tabelle A-4):			
		1 %	5 %
Grenzwerte h		2,18	1,8
Grenzwerte k		2	1,68
Labor	Mandel h	Mandel k	mögl. Ausreißer
1	0,090	0,000	
2	0,486	0,322	
3	0,242	0,805	
4	-1,433	0,805	
5	0,517	0,161	
6	0,303	1,127	
7	-0,062	0,805	
8	2,573	1,687	*
9	-0,672	0,805	
10	1,309	0,805	
11	-0,215	0,805	
12	-1,387	0,080	
13	0,242	1,610	*
14	-0,184	0,483	
15	-0,367	0,279	
16	-0,215	0,805	
17	-1,585	1,610	*
18	-1,403	0,805	
19	-0,824	0,000	
20	-0,215	2,130	*
21	1,613	0,805	
22	1,156	1,610	*
23	-0,215	0,805	
24	0,242	0,805	

Tabelle B-7c) Numerische Ausreißertests

Prüfgröße		Grenzwerte für das Signifikanzniveau:	
		5 %	1 %
C	0,189	0,149	0,176
G_p	2,573	2,802	3,112
G	0,564	0,4994	0,4234
G_1	1,585	2,802	3,112
G_2	0,783	0,4994	0,4234

Tabelle B-7d) Numerischer Ausreißertest ohne Laboratorium 20

Prüfgröße		Grenzwerte für das Signifikanzniveau:	
		5%	1%
C	0,146	0,149	0,176
G_p	2,510	2,802	3,112
G	0,565	0,4994	0,4234
G_1	1,561	2,802	3,112
G_2	0,779	0,4994	0,4234

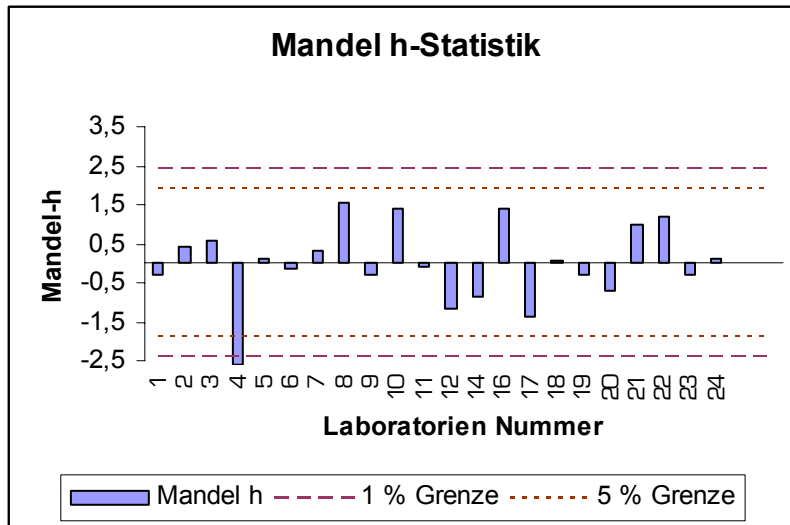


Abbildung B-7: Mandel-h-Statistik-Vergleich, Nadelpenetration, Bitumen PmB 45

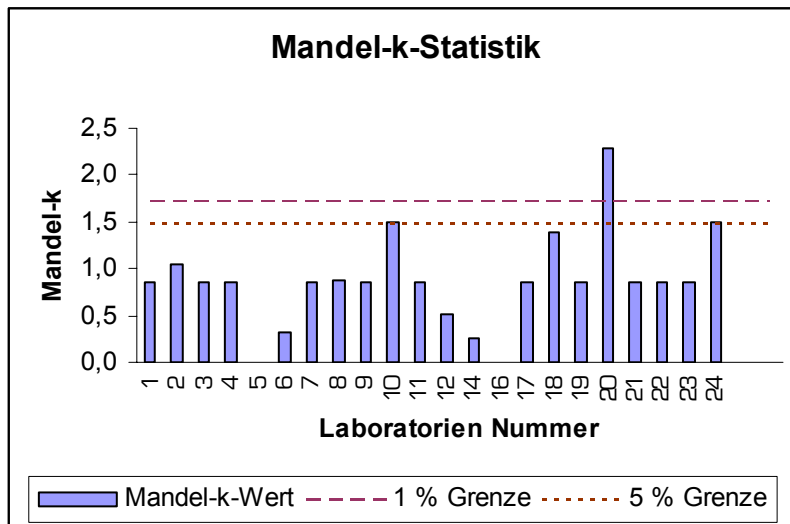


Abbildung B-8: Mandel-k-Statistik-Vergleich, Nadelpenetration, Bitumen PmB 45

Tabelle B-8: Prüfgröße Nadelpenetration PmB 45

Tabelle B-8a) Messwerte, Mittelwerte und Standardabweichung

Labor	Messwerte [mm]						Mittelwert [mm]	Standardabw. [mm]	Fast-/stat.- Ausreißer
	1	2	3	1	2	3			
1	44,0	44,0	45,0	45,0	45,0	45,0	44,33	0,58	
2	45,3	46,2	44,8	46,3	44,9	45,4	45,43	0,71	
3	46,0	46,0	45,0	46,0	46,0	45,0	45,67	0,58	
4	40,0	41,0	41,0	42,0	42,0	42,0	40,67	0,58	
5	45,0	45,0	45,0	45,0	46,0	45,5	45,00	0,00	
6	44,4	44,8	44,5	44,5	44,9	44,5	44,57	0,21	
7	45,0	46,0	45,0	45,0	45,0	45,0	45,33	0,58	
8	46,6	47,5	47,7	47,6	47,0	46,7	47,27	0,59	
9	44,0	45,0	44,0	44,0	44,0	44,0	44,33	0,58	
10	48,0	47,0	46,0	46,0	47,0	46,0	47,00	1,00	
11	45,0	45,0	44,0	43,0	44,0	44,0	44,67	0,58	
12	43,3	43,0	42,6	43,6	43,2	42,8	42,97	0,35	
14	43,5	43,5	43,2	44,2	43,9	43,5	43,40	0,17	
16	47,0	47,0	47,0	47,0	47,0	47,0	47,00	0,00	
17	43,0	42,0	43,0	42,0	42,0	42,0	42,67	0,58	
18	43,8	45,3	45,5	43,9	44,0	44,2	44,87	0,93	
19	44,0	45,0	44,0	44,0	44,0	45,0	44,33	0,58	
20	42,0	44,0	45,0	42,0	45,0	43,0	43,67	1,53	**
21	46,0	46,0	47,0	47,0	48,0	47,0	46,33	0,58	
22	47,0	47,0	46,0	45,0	44,0	44,0	46,67	0,58	
23	45,0	44,0	44,0	44,0	43,0	44,0	44,33	0,58	
24	45,0	46,0	44,0	45,0	45,0	46,0	45,00	1,00	

Tabelle B-8b) Grafische Vereinbarkeitsprüfung nach Mandel

Grenzwerte für Mandel (gemäß Tabelle A-3 und Tabelle A-4):			
		1 %	5 %
Grenzwerte h		2,18	1,8
Grenzwerte k		2	1,68
Labor	Mandel h	Mandel k	mögl. Ausreißer
1	-0,293	0,860	
2	0,404	1,057	
3	0,552	0,860	
4	-2,616	0,860	*
5	0,130	0,000	
6	-0,145	0,310	
7	0,341	0,860	
8	1,566	0,873	
9	-0,293	0,860	
10	1,397	1,490	
11	-0,082	0,860	
12	-1,159	0,523	
14	-0,884	0,258	
16	1,397	0,000	
17	-1,349	0,860	
18	0,045	1,385	
19	-0,293	0,860	
20	-0,715	2,276	*
21	0,974	0,860	
22	1,186	0,860	
23	-0,293	0,860	
24	0,130	1,490	*

Tabelle B-8c) Numerischer Ausreißertest

Prüfgröße		Grenzwerte für das Signifikanzniveau:	
		5 %	1 %
C	0,236	0,16	0,189
G _p	1,566	2,758	3,06
G	0,769	0,471	0,3927
G ₁	2,616	2,758	3,06
G ₂	0,550	0,471	0,3927

Tabelle B-8d) Numerischer Ausreißertest ohne Laboratorium 20

Prüfgröße		Grenzwerte für das Signifikanzniveau:	
		5 %	1 %
C	0,132	0,160	0,189
G _p	1,514	2,758	3,060
G	0,773	0,471	0,393
G ₁	2,620	2,758	3,060
G ₂	0,521	0,471	0,393

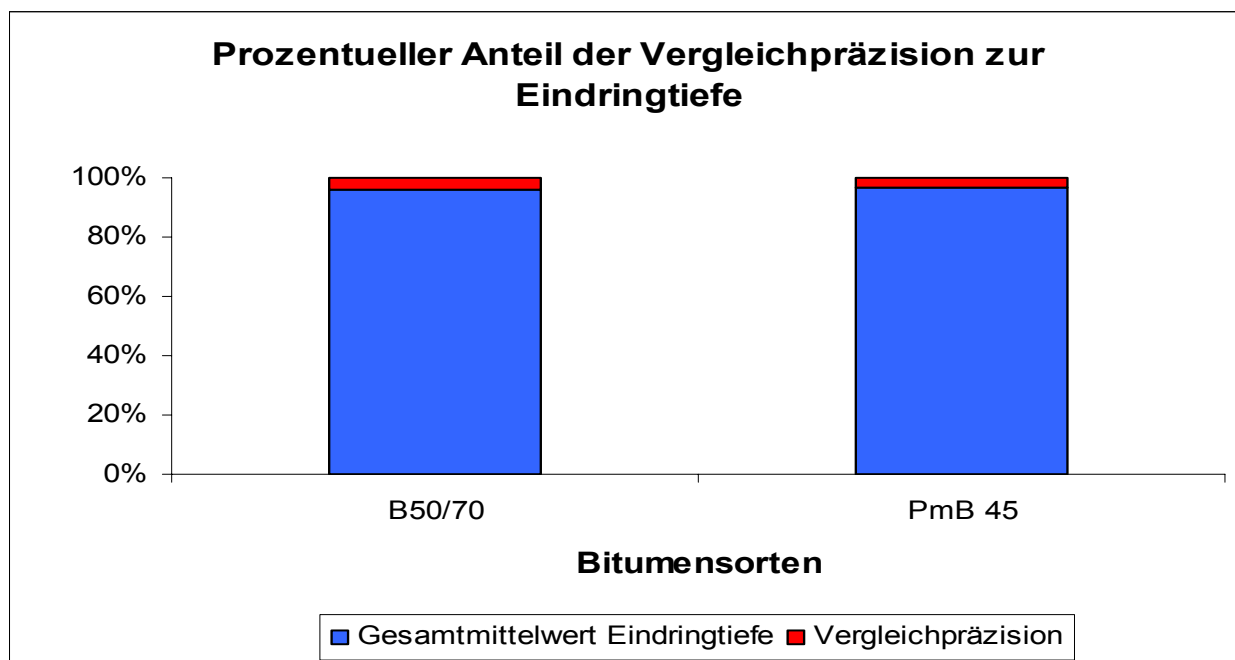


Abbildung B- 9: Nadelpenetration, prozentueller Anteil der Vergleichpräzision am Gesamtmittelwert der Eindringtiefe.

An dem Versuch „Dynamisches Scherrheometer“ nahmen nicht alle Laboratorien teil, daher existiert keine durchlaufende Nummerierung der Laboratorien.

Tabelle B-9: Komplexer Schermodul G^* Bitumen 50/70 T = 50 °C (ARBIT, 2006)

Labor	Messwerte G^* [Pa]			Mittelwert G^* [Pa]	Standardabweichung [Pa]
	1	2	3		
1	13970,4	12925,7	14218,1	13704,73	685,94
4	16600,0	16600,0	17800,0	17000,00	692,82
12	15689,0	16073,0	16220,0	15994,00	274,17
16	19940,0	19960,0	20220,0	20040,00	156,20
17	14108,0	13288,0	15032,0	14142,67	872,52
20	18575,0	17625,0	18400,0	18200,00	505,59
21	13102,0	12127,0	12384,0	12537,67	505,34
22	15021,0	15394,0	15825,0	15413,33	402,35
23	14738,0	14895,0	14255,0	14629,33	333,55
24	13146,0	13366,0	13013,0	13175,00	178,28

Tabelle B-10: Phasenverschiebungswinkel δ Bitumen 50/70 T = 50 °C (ARBIT, 2006)

Labor	Messwerte δ [°]			Mittelwert δ [°]	Standardabweichung [°]
	1	2	3		
1	81,9	82,2	82,1	82,07	0,15
4	81,4	81,4	81,0	81,27	0,23
12	81,5	81,6	81,7	81,60	0,10
16	81,3	81,2	81,1	81,20	0,10
17	82,2	82,3	81,6	82,03	0,38
20	79,6	79,8	79,7	79,70	0,10
21	82,3	82,5	82,7	82,50	0,20
22	82,5	82,4	82,3	82,40	0,10
23	82,4	82,5	82,5	82,47	0,06
24	82,0	81,9	82,1	82,00	0,10

Tabelle B-11: Komplexer Schermodul G^* Bitumen 50/70 T = 60 °C (ARBIT, 2006)

Labor	Messwerte G^* [Pa]			Mittelwert G^* [Pa]	Standardabweichung [Pa]
	1	2	3		
1	2927,2	3114,5	3246,7	3096,13	160,54
4	3710,0	3720,0	3960,0	3796,67	141,54
12	3838,0	3786,0	3671,0	3765,00	85,46
16	3940,0	3830,0		3885,00	77,78
17	3775,0	3779,0	3849,0	3801,00	41,62
20	4257,0	4330,0	4252,0	4279,67	43,66
21	2683,0	2951,0	3033,0	2889,00	183,05
22	3654,2	3728,2	3729,2	3703,87	43,02
23	3389,0	3246,0	3581,0	3405,33	168,10
24	3331,0	3256,0	3265,0	3284,00	40,95

Tabelle B-12: Phasenverschiebungswinkel δ Bitumen 50/70 T = 60 °C (ARBIT, 2006)

Labor	Messwerte δ [°]			Mittelwert δ [°]	Standardabweichung [°]
	1	2	3		
1	85,9	85,9	85,5	85,77	0,23
4	85,2	85,1	84,9	85,07	0,15
12	85,3	85,4	85,2	85,30	0,10
16	83,4	83,9		83,65	0,35
17	85,6	85,5	85,4	85,50	0,10
20	84,0	83,9	83,8	83,90	0,10
21	85,9	85,6	85,9	85,80	0,17
22	86,4	86,3	86,3	86,33	0,06
23	85,9	85,9	86,0	85,93	0,06
24	85,3	85,5	85,4	85,40	0,10

Tabelle B-13: Komplexer Schermodul G^* PmB 45 T = 50 °C (ARBIT, 2006)

Labor	Messwerte G^* [Pa]			Mittelwert G^* [Pa]	Standardabweichung [Pa]
	1	2	3		
1	19967,4	20931,6	21061,9	20653,63	597,86
4	24500,0	25200,0	25200,0	24966,67	404,15
12	22199,0	21929,0	21852,0	21993,33	182,23
16	30880,0	31440,0	30700,0	31006,67	385,92
17	25165,0	25592,0	22656,0	24471,00	1586,27
20	23830,0	25010,0	25460,0	24766,67	841,80
21	20429,0	20313,0	21153,0	20631,67	455,20
22	25669,9	25430,9	25307,2	25469,33	184,38
23	21926,0	19787,0	19973,0	20562,00	1184,91
24	24695,0	23437,0	24386,0	24172,67	655,57

Tabelle B-14: Phasenverschiebungswinkel δ PmB 45 T = 50 °C (ARBIT, 2006)

Labor	Messwerte δ [°]			Mittelwert δ [°]	Standardabweichung [°]
	1	2	3		
1	72,7	73,1	72,7	72,83	0,23
4	72,6	72,1	72,1	72,27	0,29
12	71,4	71,5	71,4	71,43	0,06
16	70,6	70,5	70,4	70,50	0,10
17	72,4	72,4	72,5	72,43	0,06
20	69,7	69,7	69,7	69,70	0,00
21	70,5	72,1	72,3	71,63	0,99
22	72,0	72,2	72,0	72,07	0,12
23	71,9	72,1	73,7	72,57	0,99
24	71,3	71,3	71,3	71,30	0,00

Tabelle B-15: Komplexer Schermodul G^* PmB 45 T = 60 °C (ARBIT, 2006)

Labor	Messwerte G^* [Pa]			Mittelwert G^* [Pa]	Standardabweichung [Pa]
	1	2	3		
1	5551,0	5346,2	5640,7	5512,63	150,95
4	6350,0	6590,0	6490,0	6476,67	120,55
12	6586,0	6692,0	6454,0	6577,33	119,24
16	7740,0	7140,0	7100,0	7326,67	358,52
17	7660,0	7054,0	6702,0	7138,67	484,58
20	7203,0	7171,0	6988,0	7120,67	116,00
21	5604,0	5743,0	5927,0	5758,00	162,02
22	6303,1	5945,4	6076,1	6108,20	181,00
23	5816,0	5423,0	5804,0	5681,00	223,52
24	6232,0	6208,0	6322,0	6254,00	60,10

Tabelle B-16: Phasenverschiebungswinkel δ PmB 45 T = 60 °C (ARBIT, 2006)

Labor	Messwerte δ [°]			Mittelwert δ [°]	Standardabweichung [°]
	1	2	3		
1	74,1	74,5	74,4	74,33	0,21
4	76,5	76,2	76,1	76,27	0,21
12	75,2	75,4	75,6	75,40	0,20
16	74,1	74,5	74,4	74,33	0,21
17	77,4	76,8	77,1	77,10	0,30
20	72,6	72,8	72,7	72,70	0,10
21	76,0	75,8	75,6	75,80	0,20
22	76,0	76,7	76,3	76,33	0,35
23	75,4	78,0	75,4	76,27	1,50
24	74,7	74,5	74,6	74,60	0,10

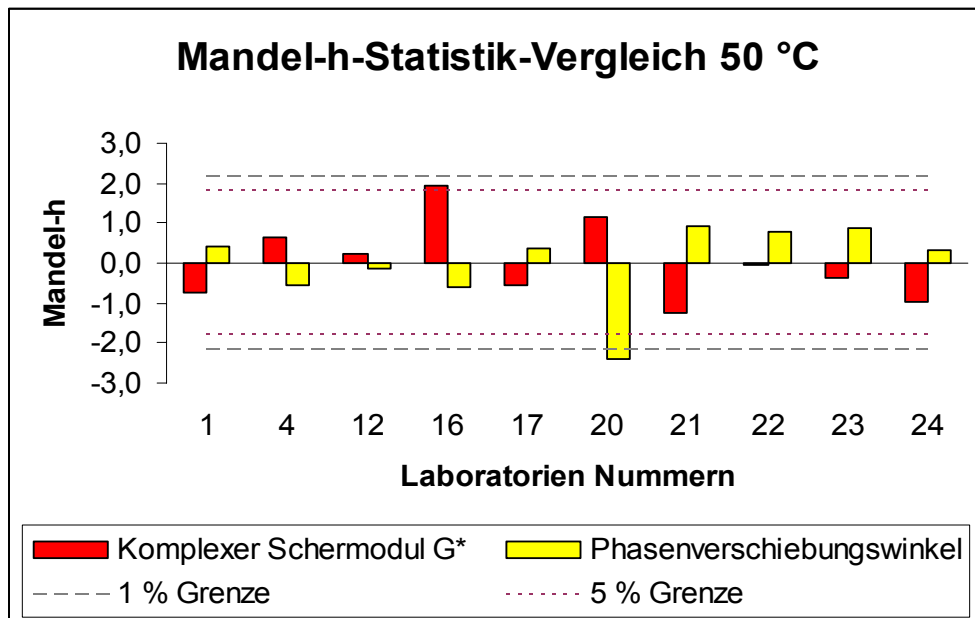


Abbildung B-10: Mandel-h-Vergleich für DSR bei einer Prüftemperatur von 50 °C für die Bitumensorte B50/70

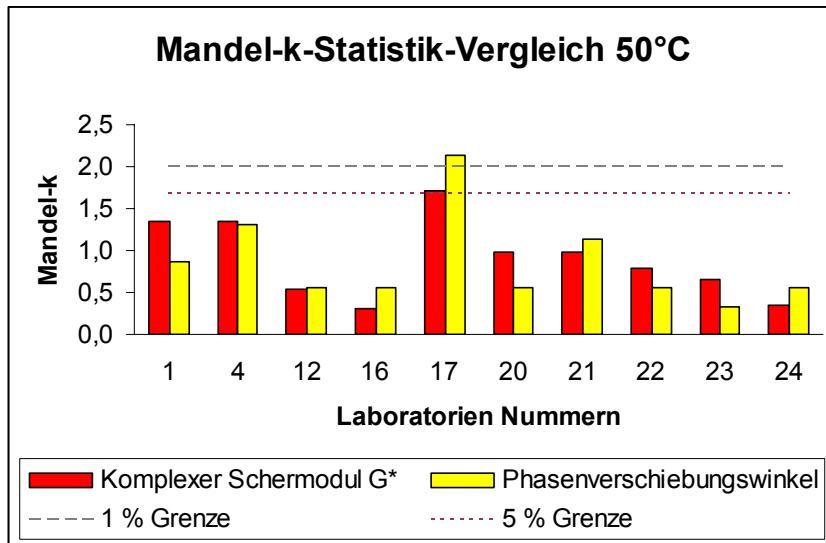


Abbildung B-11: Mandel-k-Vergleich für DSR bei einer Prüftemperatur von 50 °C für die Bitumensorte B50/70

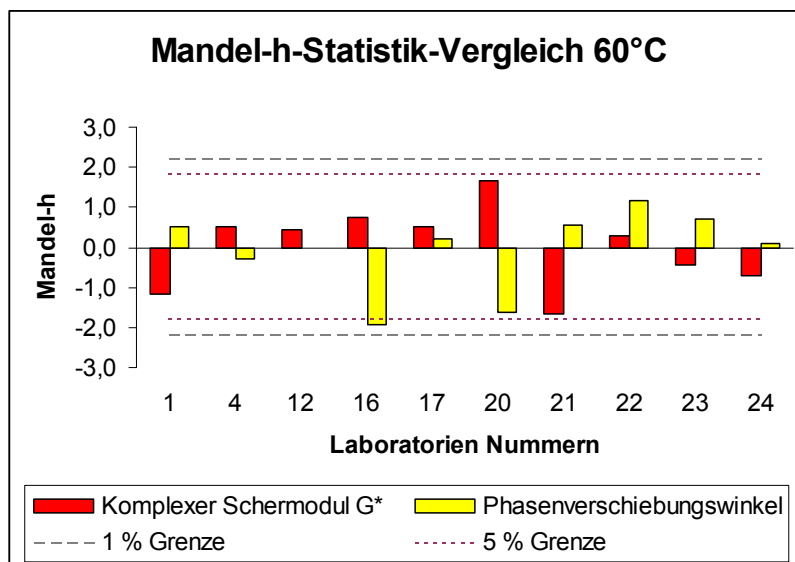


Abbildung B-12: Mandel-h-Vergleich für DSR bei einer Prüftemperatur von 60 °C für die Bitumensorte B50/70

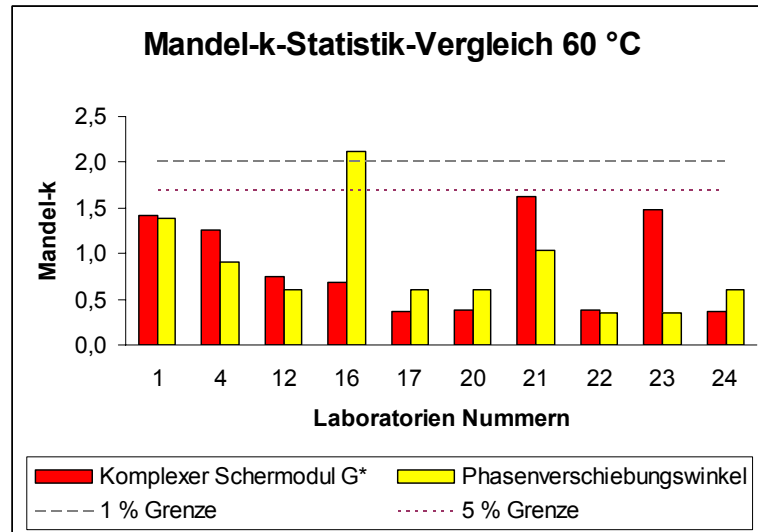


Abbildung B-13: Mandel-k-Vergleich für DSR bei einer Prüftemperatur von 60 °C, für die Bitumensorte B50/70

Tabelle B-17: Prüfgröße Komplexer Schermodul G^* für B50/70 bei 50 °C

Tabelle B-17a) Messwerte, Mittelwerte und Standardabweichung

Labor	Messwerte G^* [Pa]			Mittelwert G^* [Pa]	Standardabweichung [Pa]	Fast-/stat.- Ausreißer
	1	2	3			
1	13970,4	12925,7	14218,1	13704,73	685,94	
4	16600,0	16600,0	17800,0	17000,00	692,82	
12	15689,0	16073,0	16220,0	15994,00	274,17	
16	19940,0	19960,0	20220,0	20040,00	156,20	
17	14108,0	13288,0	15032,0	14142,67	872,52	
20	18575,0	17625,0	18400,0	18200,00	505,59	
21	13102,0	12127,0	12384,0	12537,67	505,34	
22	15021,0	15394,0	15825,0	15413,33	402,35	
23	14738,0	14895,0	14255,0	14629,33	333,55	*
24	13146,0	13366,0	13013,0	13175,00	178,28	

Tabelle B-17b) Grafische Vereinbarkeitsprüfung nach Mandel

Grenzwerte für Mandel (gemäß Tabelle A-3 und Tabelle A-4):			
		1 %	5 %
Grenzwerte h		2,18	1,8
Grenzwerte k		2	1,68
Labor	Mandel h	Mandel k	mögl. Ausreißer
1	-0,752	1,338	
4	0,641	1,352	
12	0,216	0,535	
16	1,925	0,305	
17	-0,567	1,702	*
20	1,148	0,986	*
21	-1,245	0,986	
22	-0,030	0,785	
23	-0,361	0,651	
24	-0,976	0,348	

Tabelle B-17c) Numerische Ausreißertests

Prüfgröße		Grenzwerte für das Signifikanzniveau:	
		5 %	1 %
C	0,290	0,445	0,536
G_p	1,925	2,290	2,482
G	0,311	0,115	0,186
G_1	1,245	2,290	2,482
G_2	0,654	0,115	0,186

Tabelle B-18 Prüfgröße Phasenverschiebungswinkel δ für B50/70 bei 50 °C

Tabelle B-18a) Messwerte, Mittelwerte und Standardabweichung

Labor	Messwerte δ [°]			Mittelwert δ [°]	Standardabweichung [°]	Fast-/stat.- Ausreißer
	1	2	3			
1	81,9	82,2	82,1	82,07	0,15	
4	81,4	81,4	81,0	81,27	0,23	
12	81,5	81,6	81,7	81,60	0,10	
16	81,3	81,2	81,1	81,20	0,10	
17	82,2	82,3	81,6	82,03	0,38	*
20	79,6	79,8	79,7	79,70	0,10	*
21	82,3	82,5	82,7	82,50	0,20	
22	82,5	82,4	82,3	82,40	0,10	
23	82,4	82,5	82,5	82,47	0,06	
24	82,0	81,9	82,1	82,00	0,10	

Tabelle B-18b) Grafische Vereinbarkeitsprüfung nach Mandel

Grenzwerte für Mandel (gemäß Tabelle A-3 und Tabelle A-4):			
		1 %	5 %
Grenzwerte h		2,18	1,8
Grenzwerte k		2	1,68
Labor	Mandel h	Mandel k	mögl. Ausreißer
1	0,404	0,863	
4	-0,538	1,305	
12	-0,145	0,565	
16	-0,616	0,565	
17	0,365	2,139	*
20	-2,382	0,565	*
21	0,914	1,130	
22	0,796	0,565	
23	0,875	0,326	
24	0,326	0,565	

Tabelle B-18c) Numerische Ausreißertests

Prüfgröße		Grenzwerte für das Signifikanzniveau:	
		5 %	1 %
C	0,457	0,445	0,536
G_p	0,914	2,290	2,482
G	0,778	0,115	0,186
G_1	2,382	2,290	2,482
G_2	0,203	0,115	0,186

Tabelle B-19: Prüfgröße Komplexer Schermodul G^* für B50/70 bei 60 °C

Tabelle B-19a) Messwerte, Mittelwerte und Standardabweichung

Labor	Messwerte G^* [Pa]			Mittelwert G^* [Pa]	Standardabweichung [Pa]	Fast-/stat.- Ausreißer
	1	2	3			
1	2927,2	3114,5	3246,7	3096,13	160,54	
4	3710,0	3720,0	3960,0	3796,67	141,54	
12	3838,0	3786,0	3671,0	3765,00	85,46	
16	3940,0	3830,0		3885,00	77,78	
17	3775,0	3779,0	3849,0	3801,00	41,62	
20	4257,0	4330,0	4252,0	4279,67	43,66	
21	2683,0	2951,0	3033,0	2889,00	183,05	
22	3654,2	3728,2	3729,2	3703,87	43,02	
23	3389,0	3246,0	3581,0	3405,33	168,10	
24	3331,0	3256,0	3265,0	3284,00	40,95	

Tabelle B-19b) Grafische Vereinbarkeitsprüfung nach Mandel

Grenzwerte für Mandel (gemäß Tabelle A-3 und Tabelle A-4):			
		1 %	5 %
Grenzwerte h		2,18	1,8
Grenzwerte k		2	1,68
Labor	Mandel h	Mandel k	mögl. Ausreißer
1	-1,164	1,418	
4	0,520	1,251	
12	0,444	0,755	
16	0,732	0,687	
17	0,530	0,368	
20	1,681	0,386	*
21	-1,662	1,617	
22	0,297	0,380	
23	-0,421	1,485	
24	-0,713	0,362	

Tabelle B-19c) Numerische Ausreißertests

Prüfgröße		Grenzwerte für das Signifikanzniveau:	
		5 %	1 %
C	0,262	0,536	0,445
G_p	1,657	2,290	2,482
G	0,562	0,115	0,186
G_1	1,687	2,290	2,482
G_2	0,412	0,115	0,186

Tabelle B-20: Prüfgröße Phasenverschiebungswinkel δ für B50/70 bei 60 °C

Tabelle B-20a) Messwerte, Mittelwerte und Standardabweichung

Labor	Messwerte δ [°]			Mittelwert δ [°]	Standardabweichung [°]	Fast-/stat.-Ausreißer
	1	2	3			
1	85,9	85,9	85,5	85,77	0,23	
4	85,2	85,1	84,9	85,07	0,15	
12	85,3	85,4	85,2	85,30	0,10	
16	83,4	83,9		83,65	0,35	*
17	85,6	85,5	85,4	85,50	0,10	
20	84,0	83,9	83,8	83,90	0,10	*
21	85,9	85,6	85,9	85,80	0,17	
22	86,4	86,3	86,3	86,33	0,06	
23	85,9	85,9	86,0	85,93	0,06	
24	85,3	85,5	85,4	85,40	0,10	

Tabelle B-20b) Grafische Vereinbarkeitsprüfung nach Mandel

Grenzwerte für Mandel (gemäß Tabelle A-3 und Tabelle A-4):			
		1 %	5 %
Grenzwerte h		2,18	1,8
Grenzwerte k		2	1,68
Labor	Mandel h	Mandel k	mögl. Ausreißer
1	0,515	1,384	
4	-0,293	0,916	
12	-0,024	0,599	
16	-1,930	2,119	
17	0,207	0,599	
20	-1,641	0,599	
21	0,554	1,038	
22	1,170	0,346	
23	0,708	0,346	
24	0,092	0,599	

Tabelle B-20c) Numerische Ausreißertests

Prüfgröße		Grenzwerte für das Signifikanzniveau:	
		5 %	1 %
C	0,449	0,536	0,445
G_p	1,237	2,290	2,482
G	0,707	0,115	0,186
G_1	1,870	2,290	2,482
G_2	0,168	0,115	0,186

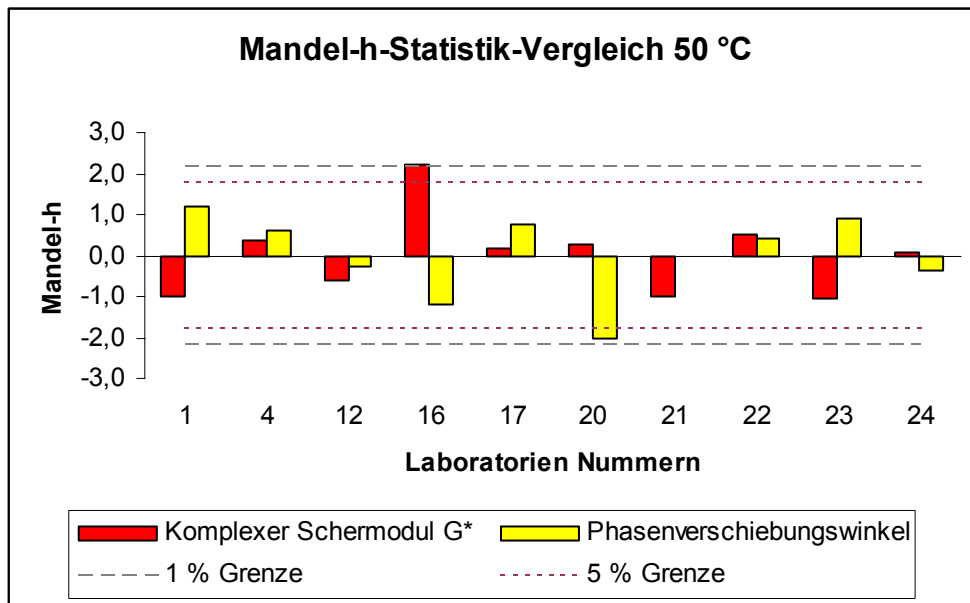


Abbildung B-14: Mandel-h-Vergleich für DSR bei einer Prüftemperatur von 50 °C, für die Bitumensorte PmB 45

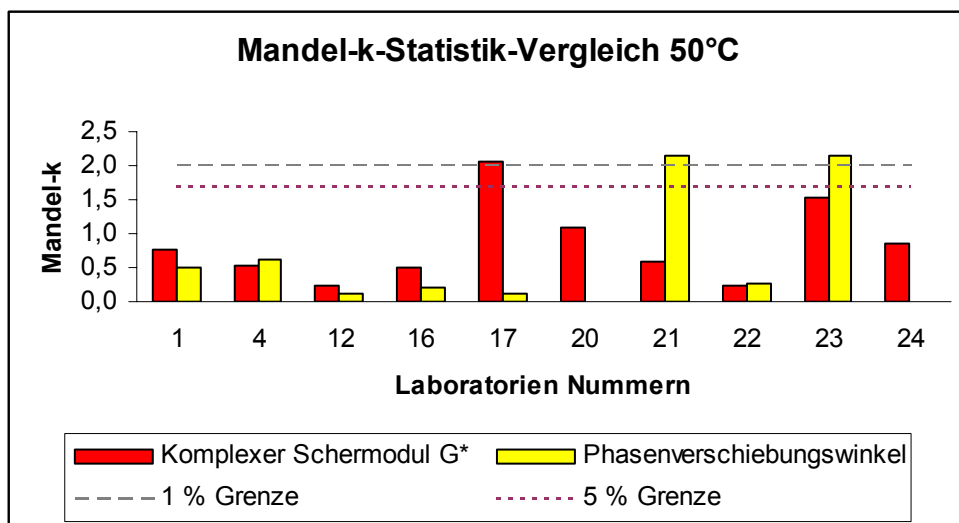


Abbildung B-15: Mandel-k-Vergleich für DSR bei einer Prüftemperatur von 50 °C, für die Bitumensorte PmB 45

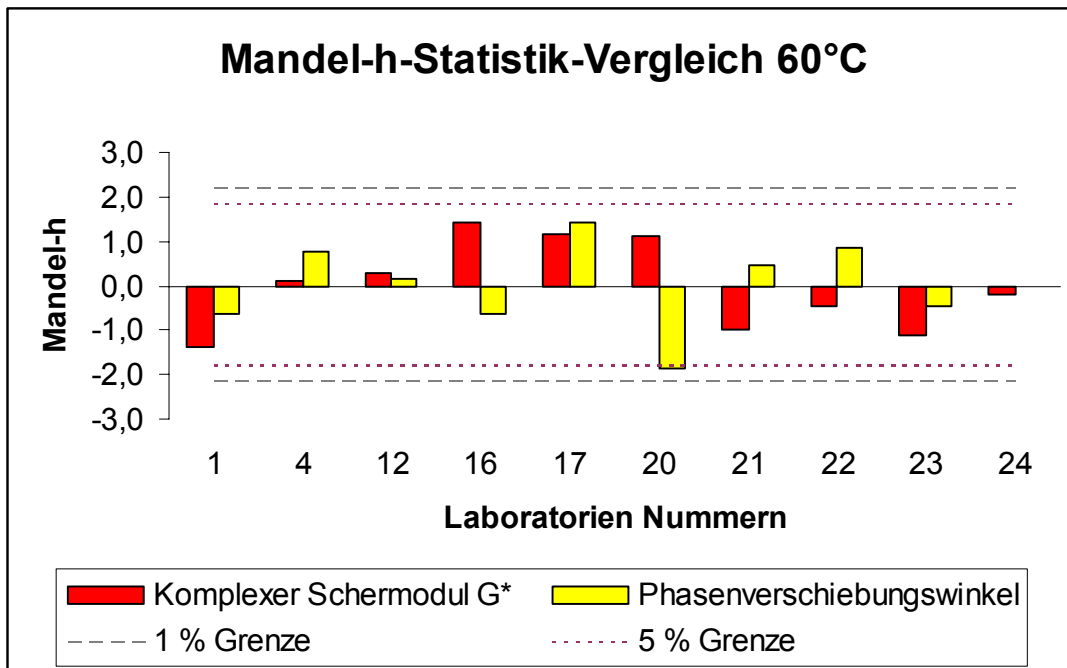


Abbildung B-16: Mandel-h-Vergleich für DSR bei einer Prüftemperatur von 60 °C, für die Bitumensorte PmB 45

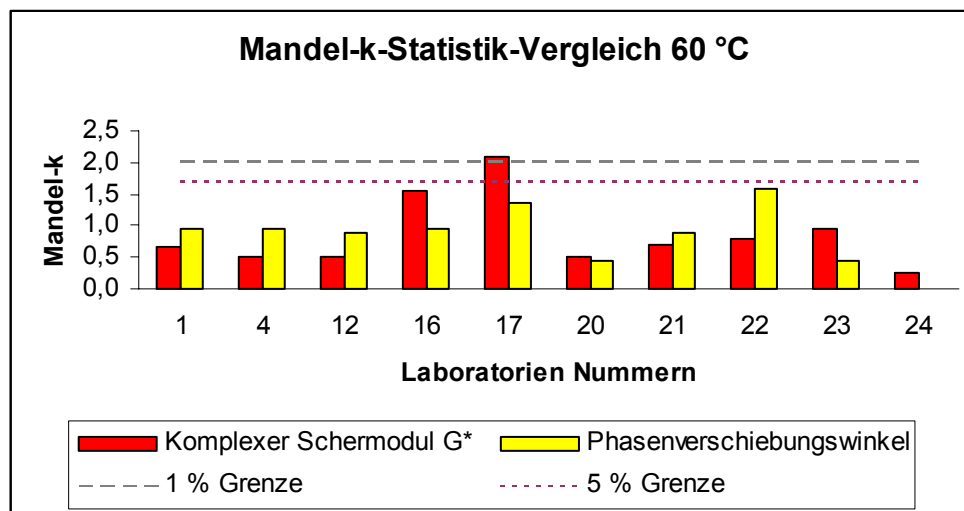


Abbildung B-17: Mandel-k-Vergleich für DSR bei einer Prüftemperatur von 60 °C, für die Bitumensorte PmB 45

Tabelle B-21: Prüfgröße Komplexer Schermodul G^* für PmB 45 bei 50 °C

Tabelle B-21a) Messwerte, Mittelwerte und Standardabweichung

Labor	Messwerte G^* [Pa]			Mittelwert G^* [Pa]	Standardabweichung [Pa]	Fast-/stat.- Ausreißer
	1	2	3			
1	19967,4	20931,6	21061,9	20653,63	597,86	
4	24500,0	25200,0	25200,0	24966,67	404,15	
12	22199,0	21929,0	21852,0	21993,33	182,23	
16	30880,0	31440,0	30700,0	31006,67	385,92	
17	25165,0	25592,0	22656,0	24471,00	1586,27	
20	23830,0	25010,0	25460,0	24766,67	841,80	
21	20429,0	20313,0	21153,0	20631,67	455,20	
22	25669,9	25430,9	25307,2	25469,33	184,38	
23	21926,0	19787,0	19973,0	20562,00	1184,91	
24	24695,0	23437,0	24386,0	24172,67	655,57	

Tabelle B-21b) Grafische Vereinbarkeitsprüfung nach Mandel

Grenzwerte für Mandel (gemäß Tabelle A-3 und Tabelle A-4):			
		1 %	5 %
Grenzwerte h		2,18	1,8
Grenzwerte k		2	1,68
Labor	Mandel h	Mandel k	mögl. Ausreißer
1	-1,010	0,772	
4	0,345	0,522	
12	-0,589	0,235	
16	2,242	0,498	
17	0,189	2,047	
20	0,282	1,087	*
21	-1,017	0,588	
22	0,502	0,238	
23	-1,039	1,529	
24	0,095	0,846	

Tabelle B-21c) Numerische Ausreißertests

Prüfgröße		Grenzwerte für das Signifikanzniveau:	
		5 %	1 %
C	0,419	0,445	0,536
G_p	2,242	2,290	2,482
G	0,309	0,115	0,186
G_1	1,039	2,290	2,482
G_2	0,707	0,115	0,186

Tabelle B-22 Prüfgröße Phasenverschiebungswinkel δ für PmB 45 bei 50 °C

Tabelle B-22a) Messwerte, Mittelwerte und Standardabweichung

Labor	Messwerte δ [°]			Mittelwert δ [°]	Standardabweichung [°]	Fast-/stat.-Ausreißer
	1	2	3			
1	72,7	73,1	72,7	72,83	0,23	
4	72,6	72,1	72,1	72,27	0,29	
12	71,4	71,5	71,4	71,43	0,06	
16	70,6	70,5	70,4	70,50	0,10	
17	72,4	72,4	72,5	72,43	0,06	
20	69,7	69,7	69,7	69,70	0,00	
21	70,5	72,1	72,3	71,63	0,99	*
22	72,0	72,2	72,0	72,07	0,12	
23	71,9	72,1	73,7	72,57	0,99	*
24	71,3	71,3	71,3	71,30	0,00	

Tabelle B-22b) Grafische Vereinbarkeitsprüfung nach Mandel

Grenzwerte für Mandel (gemäß Tabelle A-3 und Tabelle A-4):			
		1 %	5 %
Grenzwerte h		2,18	1,8
Grenzwerte k		2	1,68
Labor	Mandel h	Mandel k	mögl. Ausreißer
1	1,180	0,502	
4	0,604	0,628	
12	-0,244	0,126	
16	-1,194	0,218	
17	0,773	0,126	
20	-2,007	0,000	*
21	-0,041	2,146	
22	0,400	0,251	
23	0,909	2,146	
24	-0,380	0,000	

Tabelle B-22c) Numerische Ausreißertests

Prüfgröße		Grenzwerte für das Signifikanzniveau:	
		5 %	1 %
C	0,461	0,445	0,536
G_p	1,180	2,290	2,482
G	0,693	0,115	0,186
G_1	2,007	2,290	2,482
G_2	0,252	0,115	0,186

Tabelle B-23: Komplexer Schermodul G^* für PmB 45 bei 60 °C

Tabelle B-23a) Messwerte, Mittelwerte und Standardabweichung

Labor	Messwerte G^* [Pa]			Mittelwert G^* [Pa]	Standardabweichung [Pa]	Fast-/stat.- Ausreißer
	1	2	3			
1	5551,0	5346,2	5640,7	5512,63	150,95	
4	6350,0	6590,0	6490,0	6476,67	120,55	
12	6586,0	6692,0	6454,0	6577,33	119,24	
16	7740,0	7140,0	7100,0	7326,67	358,52	
17	7660,0	7054,0	6702,0	7138,67	484,58	*
20	7203,0	7171,0	6988,0	7120,67	116,00	
21	5604,0	5743,0	5927,0	5758,00	162,02	
22	6303,1	5945,4	6076,1	6108,20	181,00	
23	5816,0	5423,0	5804,0	5681,00	223,52	**
24	6232,0	6208,0	6322,0	6254,00	60,10	

Tabelle B-23b) Grafische Vereinbarkeitsprüfung nach Mandel

Grenzwerte für Mandel (gemäß Tabelle A-3 und Tabelle A-4):			
		1 %	5 %
Grenzwerte h		2,18	1,8
Grenzwerte k		2	1,68
Labor	Mandel h	Mandel k	mögl. Ausreißer
1	-1,361	0,649	
4	0,125	0,518	
12	0,281	0,513	
16	1,436	1,541	
17	1,146	2,084	
20	1,119	0,499	*
21	-0,983	0,697	
22	-0,443	0,778	
23	-1,102	0,961	
24	-0,218	0,258	

Tabelle B-23c) Numerische Ausreißertests

Prüfgröße		Grenzwerte für das Signifikanzniveau:	
		5 %	1 %
C	0,434	0,536	0,445
G_n	1,436	2,290	2,482
G	0,532	0,115	0,186
G_1	1,361	2,290	2,482
G_2	0,575	0,115	0,186

Tabelle B-23d) Numerischer Ausreißertest ohne Laboratorium 23

Prüfgröße		Grenzwerte für das Signifikanzniveau:	
		5 %	1 %
C	0,478	0,445	0,536
G _p	1,343	2,290	2,482
G	0,535	0,115	0,186
G ₁	1,517	2,290	2,482
G ₂	0,427	0,115	0,186

Tabelle B-24: Prüfgröße Phasenverschiebungswinkel δ für PmB 45, 60 °C

Tabelle B-24a) Messwerte, Mittelwerte und Standardabweichung

Labor	Messwerte δ [°]			Mittelwert δ [°]	Standardabweichung [°]	Fast-/stat.-Ausreißer
	1	2	3			
1	74,1	74,5	74,4	74,33	0,21	
4	76,5	76,2	76,1	76,27	0,21	
12	75,2	75,4	75,6	75,40	0,20	
16	74,1	74,5	74,4	74,33	0,21	
17	77,4	76,8	77,1	77,10	0,30	
20	72,6	72,8	72,7	72,70	0,10	
21	76,0	75,8	75,6	75,80	0,20	
22	76,0	76,7	76,3	76,33	0,35	
23	75,4	78,0	75,4	76,27	1,50	**
24	74,7	74,5	74,6	74,60	0,10	

Tabelle B-24b) Grafische Vereinbarkeitsprüfung nach Mandel

Grenzwerte für Mandel (gemäß Tabelle A-3 und Tabelle A-4):			
		1 %	5 %
Grenzwerte h		2,18	1,8
Grenzwerte k		2	1,68
Labor	Mandel h	Mandel k	mögl. Ausreißer
1	-0,745	0,401	
4	0,725	0,401	
12	0,066	0,385	
16	-0,745	0,401	
17	1,359	0,578	
20	-1,988	0,193	*
21	0,370	0,385	
22	0,776	0,676	
23	0,725	2,891	
24	-0,543	0,193	

Tabelle B-24c) Numerische Ausreißertests

Prüfgröße		Grenzwerte für das Signifikanzniveau:	
		5 %	1 %
C	0,836	0,445	0,536
G_p	1,359	2,29	2,482
G	0,665	0,115	0,186
G_1	1,988	2,290	2,482
G_2	0,395	0,115	0,186

Tabelle B-24d) Numerischer Ausreißertest ohne Laboratorium 23

Prüfgröße		Grenzwerte für das Signifikanzniveau:	
		5 %	1 %
C	0,278	0,445	0,536
G_p	1,404	2,290	2,482
G	0,577	0,115	0,186
G_1	1,860	2,290	2,482
G_2	0,403	0,115	0,186

Tabelle B-25: Komplexer Schermodul, Phasenwinkel, Vergleichspräzision

Temperatur [°C]	Schermodul G^* [Pa]	Phasenwinkel δ [°]	Vergleichspräzision für G^* [%]	Vergleichspräzision für δ [%]
50	23869,36	71,67	13,60	1,47
60	3580,41	75,21	10,23	1,81

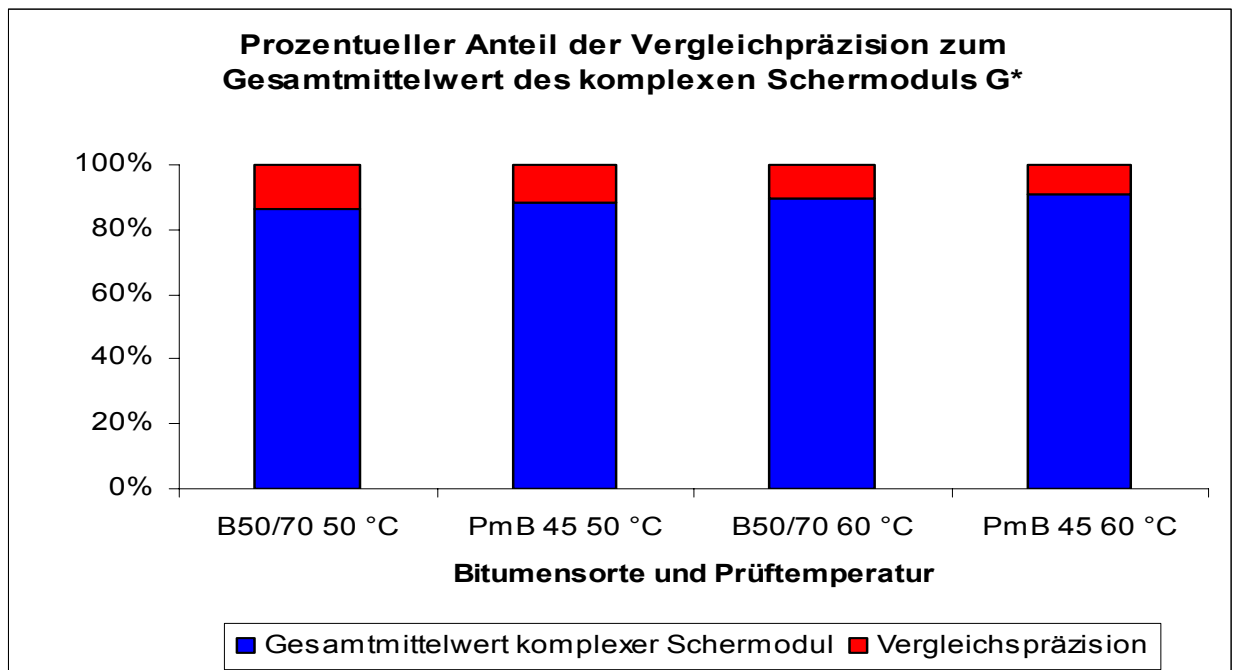


Abbildung B-18: DSR, Prozentueller Anteil der Vergleichspräzision des komplexen Schermoduls G^* für die Bitumensorten B50/70 und PmB 45 bei einer Prüftemperatur von 50 °C und 60 °C

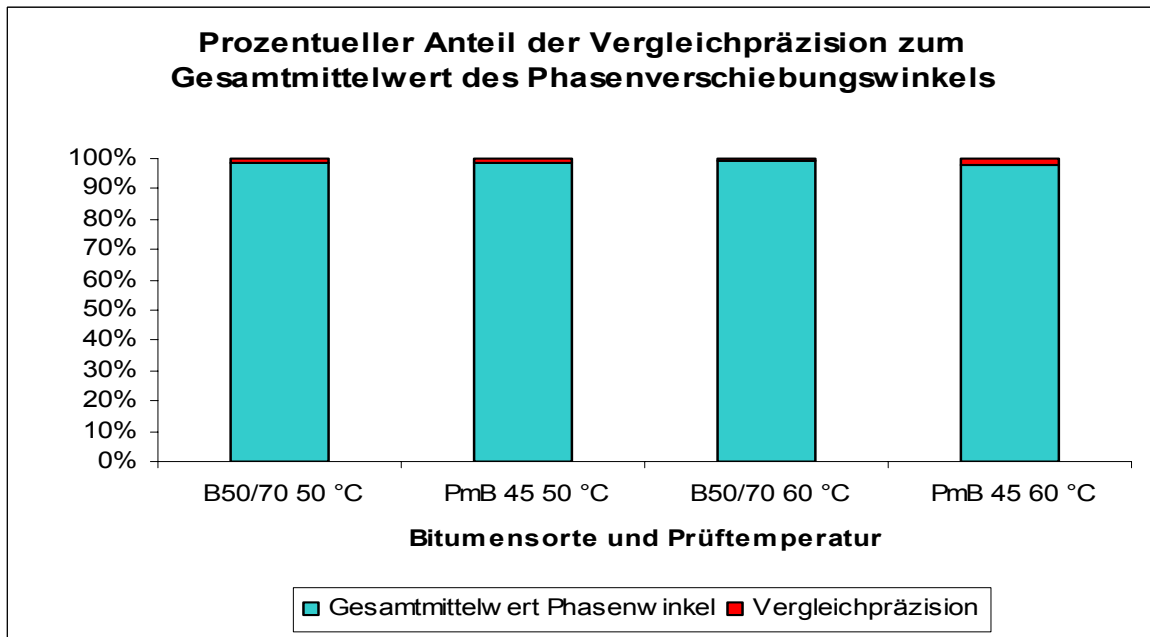


Abbildung B- 19: DSR, Prozentueller Anteil der Vergleichpräzision des Phasenverschiebungswinkel für die Bitumensorten B50/70 und PmB 45 bei einer Prüftemperatur von 50 °C und 60 °C

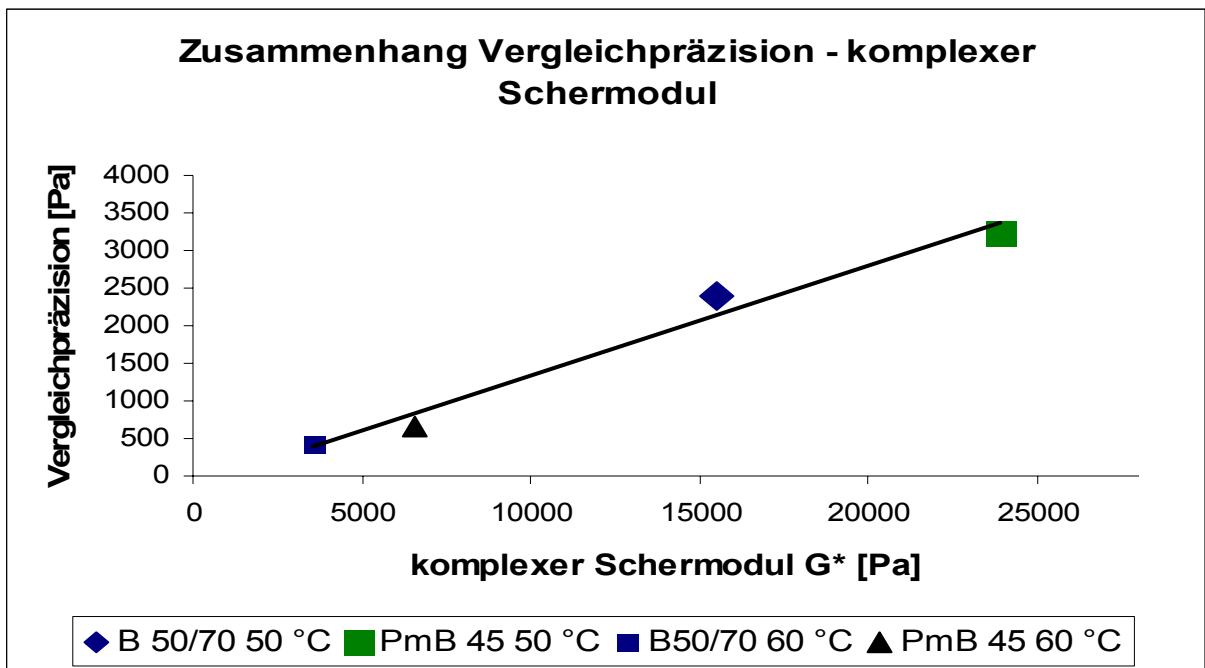


Abbildung B-20: DSR, Zusammenhang Vergleichpräzision – komplexer Schermodul G^*

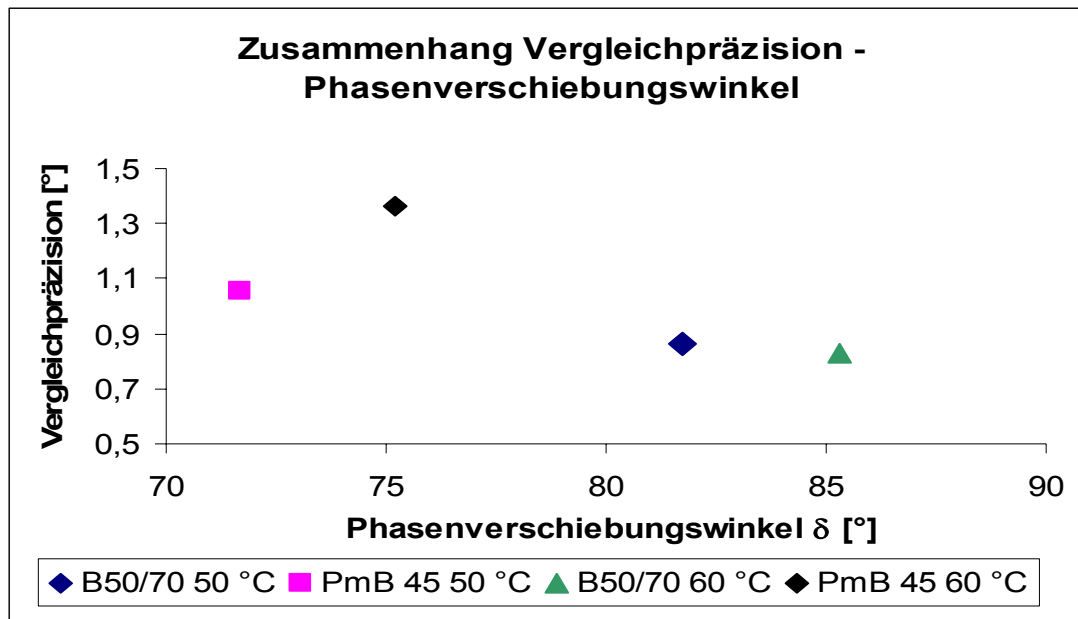


Abbildung B-21: DSR, Zusammenhang Vergleichpräzision – Phasenverschiebungswinkel δ

Tabelle B-26: Rohdichtebestimmung, Rohdichte Wasser

	Messung 1 [kg/m ³]	Messung 2 [kg/m ³]	Mittelwert [kg/m ³]	Standardabweichung [kg/m ³]	Spannweite r [kg/m ³]
1. Laborant	2535,8	2548,1	2541,97	8,67	12,26
2. Laborant	2533,0	2522,8	2527,89	7,21	10,20
3. Laborant	2507,2	2524,8	2516,01	12,41	17,55

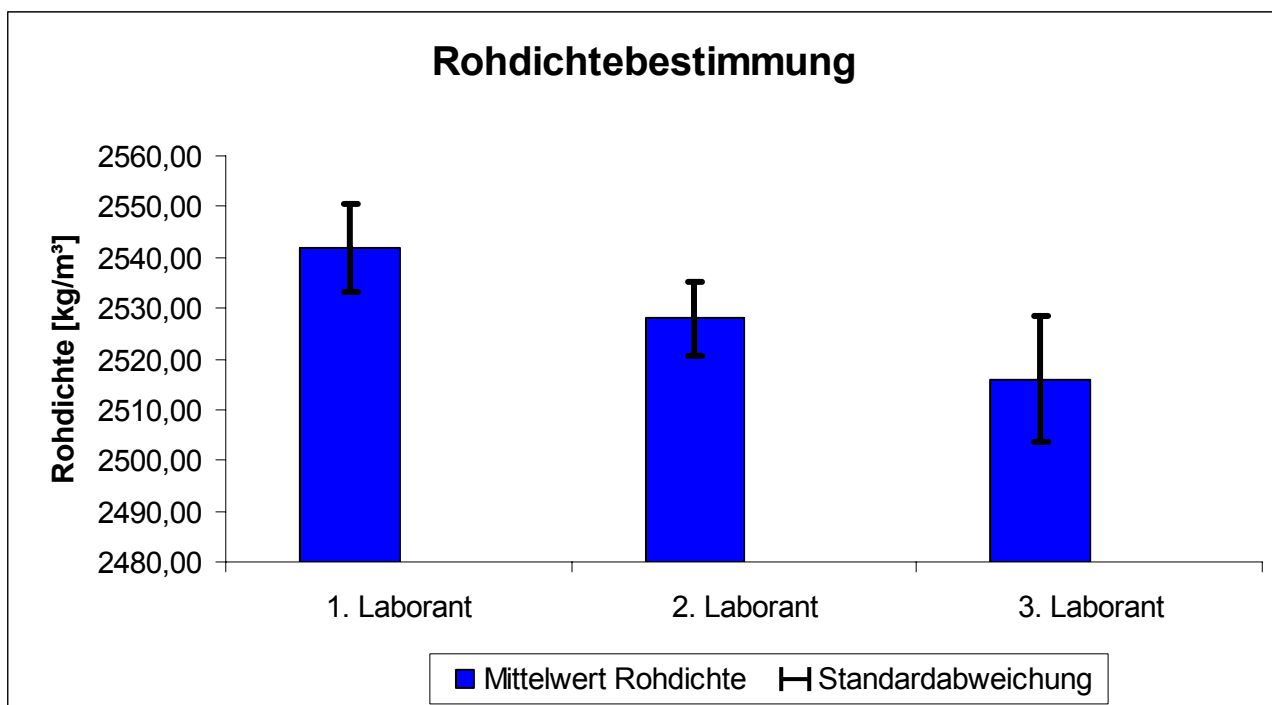


Abbildung B-22: Rohdichtebestimmung der Mischgutsorte, Ermittelte Rohdichte jedes Laboranten

Tabelle B-27: Ermittelte Rohdichte, Wiederholstandardabweichung und Vergleichspräzision Wasser

Gesamtmittelwert	Wiederholstandardabweichung		Streuung zwischen den Bearbeitern		Vergleichspräzision	
[kg/m³]	[kg/m³]	[%]	[kg/m³]	[%]	[kg/m³]	[%]
2528,62	9,68	0,38	18,37	0,73	25,95	1,03

Tabelle B-28: 4 PBB, Wiederholmessungen Kalibrierkörper Aluminium

Frequenz [Hz]	Dehnung [µm]	E* [N/mm²]	E ₁ [N/mm²]	E ₂ [N/mm²]	Phase Φ [°]	Verhältnis T2/T1
200 Ncm						
0,1	47,2	74460	74459	335	0,3	1,08
1	48,3	74599	74598	151	0,1	1,08
2	48,1	74597	74596	101	0,1	1,08
5	48,3	74553	74553	37	0,0	1,08
8	48,1	74474	74474	-46	0,0	1,08
10	48,0	74370	74370	-99	-0,1	1,07
15	47,7	73990	73989	-167	-0,1	1,08
20	47,0	73416	73416	-193	-0,2	1,08
30	46,5	73052	73051	-202	-0,2	1,14
40	47,4	71326	71324	-416	-0,3	1,07
0,1	45,5	75377	75376	289	0,2	1,10
1	46,6	75457	75457	118	0,1	1,09
2	46,6	75442	75442	40	0,0	1,09
5	47,0	75414	75414	-87	-0,1	1,09
8	46,9	75359	75358	-192	-0,1	1,09
10	46,9	75267	75266	-265	-0,2	1,09
15	47,0	74953	74952	-351	-0,3	1,09
20	46,3	74351	74350	-360	-0,3	1,10
30	46,0	74168	74167	-364	-0,3	1,15
40	46,9	72336	72335	-445	-0,4	1,08
0,1	45,0	75937	75937	288	0,2	1,10
1	46,3	76003	76003	102	0,1	1,10
2	46,3	76015	76015	73	0,1	1,10
5	46,8	75971	75971	-31	0,0	1,10
8	46,8	75899	75899	-92	-0,1	1,10
10	46,6	75807	75807	-125	-0,1	1,09
15	46,7	75482	75482	-215	-0,2	1,10
20	46,1	74921	74920	-260	-0,2	1,10
30	45,7	74624	74623	-235	-0,2	1,17
40	47,0	72982	72981	-431	-0,3	1,08
250 Ncm						
0,1	44,6	77546	77546	179	0,1	1,11
1	46,1	77676	77676	83	0,1	1,11
2	46,1	77675	77675	32	0,0	1,11
5	46,8	77645	77645	-27	0,0	1,11
8	46,8	77533	77533	-126	-0,1	1,11
10	46,6	77485	77484	-161	-0,1	1,11
15	47,0	77151	77150	-246	-0,2	1,11
20	46,1	76608	76608	-253	-0,2	1,11
30	46,1	76426	76424	-352	-0,3	1,13
40	47,6	74852	74851	-474	-0,4	1,10
0,1	45,5	77651	77651	202	0,1	1,11
1	46,1	77823	77823	46	0,0	1,11
2	46,1	77870	77870	34	0,0	1,11
5	46,6	77806	77806	-72	-0,1	1,10
8	46,9	77672	77672	-88	-0,1	1,11
10	46,9	77628	77628	-166	-0,1	1,10
15	46,3	77284	77283	-242	-0,2	1,11
20	46,3	76763	76758	-213	-0,2	1,11
30	46,6	76498	76497	-266	-0,2	1,13
40	46,7	74914	74912	-497	-0,4	1,10

Fortsetzung Tabelle B-28: 4 PBB, Wiederholmessungen Kalibrierkörper Aluminium

Frequenz [Hz]	Dehnung [µm]	E* [N/mm²]	E ₁ [N/mm²]	E ₂ [N/mm²]	Phase Φ [°]	Verhältnis T2/T1
250 Ncm						
0,1	45	77727	77726	175	0,1	1,11
1	46	77831	77831	69	0,1	1,11
2	46	77835	77835	35	0,0	1,11
5	47	77799	77799	-35	0,0	1,10
8	47	77712	77712	-102	-0,1	1,11
10	46	77624	77624	-175	-0,1	1,10
15	46	77316	77315	-248	-0,2	1,11
20	46	76714	76714	-257	-0,2	1,11
30	46	76499	76499	-319	-0,2	1,13
40	47	75004	75002	-475	-0,4	1,10
300 Ncm						
0,1	45	78862	78862	234	0,2	1,11
1	46	79032	79032	45	0,0	1,11
2	46	79055	79055	-24	0,0	1,11
5	47	78993	78993	-142	-0,1	1,11
8	46	78925	78924	-280	-0,2	1,11
10	46	78880	78879	-300	-0,2	1,10
15	46	78554	78553	-415	-0,3	1,11
20	46	78013	78012	-383	-0,3	1,11
30	47	77704	77703	-359	-0,3	1,13
40	47	76083	76081	-518	-0,4	1,10
350 Ncm						
0,1	45	78858	78857	215	0,2	1,11
1	46	79047	79047	69	0,0	1,11
2	46	79073	79073	36	0,0	1,11
5	47	79015	79015	-33	0,0	1,11
8	47	78925	78924	-127	-0,1	1,11
10	47	78850	78850	-193	-0,1	1,11
15	46	78517	78516	-268	-0,2	1,11
20	46	77938	77938	-254	-0,2	1,11
30	46	77622	77622	-252	-0,2	1,13
40	47	76012	76010	-494	-0,4	1,10
400 Ncm						
0,1	45	79299	79298	216	0,2	1,11
1	46	79302	79302	6	0,0	1,12
2	46	79319	79319	-42	0,0	1,12
5	46	79296	79296	-182	-0,1	1,11
8	46	79201	79200	-314	-0,2	1,12
10	46	79111	79110	-359	-0,3	1,11
15	46	78784	78783	-414	-0,3	1,11
20	46	78255	78254	-435	-0,3	1,12
30	46	77963	77962	-413	-0,3	1,14
40	47	76352	76350	-544	-0,4	1,11
450 Ncm						
0,1	45	83766	83766	215	0,1	1,11
1	46	83833	83833	25	0,0	1,10
2	46	83809	83809	-10	0,0	1,10
5	46	83834	83834	-89	-0,1	1,10
8	46	83718	83717	-176	-0,1	1,10
10	46	83597	83597	-223	-0,2	1,10
15	46	83286	83286	-316	-0,2	1,10
20	46	82724	82723	-367	-0,3	1,10
30	46	82474	82473	-406	-0,3	1,10
40	47	80843	80842	-542	-0,4	1,10

Fortsetzung Tabelle B-28: 4 PBB, Wiederholmessungen Kalibrierkörper Aluminium

Frequenz [Hz]	Dehnung [µm]	E* [N/mm²]	E ₁ [N/mm²]	E ₂ [N/mm²]	Phase Φ [°]	Verhältnis T2/T1
350 Ncm						
0,1	45	83617	83617	130	0,1	1,10
1	46	83732	83732	8	0,0	1,10
2	46	83728	83728	-10	0,0	1,10
5	46	83701	83701	-110	-0,1	1,10
8	46	83622	83621	-187	-0,1	1,10
10	46	83510	83509	-215	-0,1	1,10
15	47	83178	83177	-318	-0,2	1,10
20	46	82635	82634	-321	-0,2	1,10
30	46	82339	82338	-363	-0,3	1,10
40	47	80770	80769	-549	-0,4	1,10
0,1	45	83601	83601	102	0,1	1,10
1	46	83665	83665	21	0,0	1,10
2	46	83651	83651	-34	0,0	1,10
5	46	83656	83656	-100	-0,1	1,10
8	46	83541	83540	-177	-0,1	1,10
10	46	83500	83499	-214	-0,1	1,10
15	46	83137	83136	-300	-0,2	1,10
20	46	82581	82580	-345	-0,2	1,10
30	46	82339	82338	-361	-0,3	1,10
40	47	80777	80775	-546	-0,4	1,10
400 Ncm						
0,1	45	83294	83294	101	0,1	1,11
1	46	83411	83411	22	0,0	1,11
2	46	83426	83426	-35	0,0	1,11
5	47	83395	83395	-101	-0,1	1,11
8	47	83310	83309	-188	-0,1	1,11
10	46	83237	83236	-228	-0,2	1,10
15	47	82897	82896	-297	-0,2	1,11
20	46	82357	82357	-351	-0,2	1,11
30	46	82065	82064	-388	-0,3	1,12
40	47	80419	80417	-591	-0,4	1,10
0,1	45	83350	83350	274	0,2	1,11
1	46	83378	83378	12	0,0	1,11
2	46	83417	83417	-24	0,0	1,10
5	46	83363	83363	-75	-0,1	1,11
8	46	83279	83279	-190	-0,1	1,11
10	46	83199	83199	-230	-0,2	1,10
15	47	82881	82881	-309	-0,2	1,10
20	46	82330	82330	-335	-0,2	1,11
30	46	82016	82015	-345	-0,2	1,12
40	47	80486	80484	-533	-0,4	1,10
0,1	45	83284	83284	209	0,1	1,11
1	46	83433	83433	8	0,0	1,11
2	46	83445	83445	-19	0,0	1,11
5	47	83459	83459	-97	-0,1	1,11
8	46	83341	83341	-182	-0,1	1,11
10	46	83282	83282	-244	-0,2	1,10
15	46	82979	82978	-321	-0,2	1,10
20	46	82407	82407	-316	-0,2	1,10
30	46	82103	82102	-378	-0,3	1,12
40	47	80515	80513	-526	-0,4	1,10
0,1						1,11

Tabelle B-29: 4 PBB, Mittelwerte Kalibrierung Aluminium

Frequenz [Hz]	Dehnung [µm]	E* [N/mm²]	E ₁ [N/mm²]	E ₂ [N/mm²]	Phase φ [°]	Verhältnis T2/T1
200 Ncm						
0,1	45,9	75258	75257	304	0,23	1,09
1	47,1	75353	75353	124	0,09	1,09
2	47,0	75351	75351	71	0,05	1,09
5	47,3	75312	75312	-27	-0,02	1,09
8	47,3	75244	75244	-110	-0,08	1,09
10	47,2	75148	75148	-163	-0,12	1,08
15	47,1	74808	74808	-244	-0,19	1,09
20	46,5	74229	74229	-271	-0,21	1,09
30	46,1	73948	73947	-267	-0,21	1,15
40	47,1	72215	72213	-431	-0,34	1,08
250 Ncm						
0,1	45,0	77641	77641	185	0,14	1,11
1	46,1	77776	77776	66	0,05	1,11
2	46,0	77793	77793	34	0,02	1,11
5	46,6	77750	77750	-45	-0,03	1,11
8	46,7	77639	77639	-105	-0,08	1,11
10	46,6	77579	77579	-167	-0,12	1,11
15	46,6	77250	77249	-245	-0,18	1,11
20	46,1	76695	76693	-241	-0,18	1,11
30	46,2	76474	76473	-312	-0,23	1,12
40	47,0	74923	74922	-482	-0,37	1,11
300 Ncm						
0,1	44,9	79006	79006	222	0,16	1,11
1	46,0	79127	79127	40	0,03	1,11
2	46,0	79149	79149	-10	-0,01	1,11
5	46,6	79101	79101	-119	-0,09	1,11
8	46,5	79017	79016	-241	-0,17	1,11
10	46,4	78947	78946	-284	-0,21	1,11
15	46,4	78618	78617	-366	-0,27	1,11
20	45,9	78069	78068	-357	-0,26	1,11
30	46,0	77763	77762	-341	-0,25	1,13
40	46,9	76149	76147	-519	-0,39	1,10
350 Ncm						
0,1	44,9	83661	83661	149	0,10	1,10
1	45,8	83743	83743	18	0,01	1,10
2	45,8	83729	83729	-18	-0,01	1,10
5	46,4	83731	83730	-100	-0,07	1,10
8	46,3	83627	83626	-180	-0,12	1,10
10	46,1	83535	83535	-217	-0,15	1,10
15	46,4	83200	83200	-311	-0,21	1,10
20	45,7	82647	82646	-344	-0,24	1,10
30	45,6	82384	82383	-377	-0,26	1,10
40	46,7	80797	80795	-546	-0,39	1,10
400 Ncm						
0,1	44,6	83310	83309	195	0,13	1,11
1	46,0	83407	83407	14	0,01	1,11
2	46,0	83429	83429	-26	-0,02	1,11
5	46,6	83406	83406	-91	-0,06	1,11
8	46,5	83310	83310	-187	-0,13	1,11
10	46,3	83239	83239	-234	-0,16	1,10
15	46,5	82919	82918	-309	-0,21	1,10
20	46,0	82365	82364	-334	-0,23	1,11
30	45,6	82061	82061	-370	-0,26	1,12
40	46,7	80473	80471	-550	-0,39	1,10

Tabelle B-30: 4 PBB, Standardabweichung Kalibrierung Aluminium

Frequenz [Hz]	Dehnung [μm]	E* [N/mm ²]	E ₁ [N/mm ²]	E ₂ [N/mm ²]	Phase ϕ [°]	Verhältnis T2/T1
200 Ncm						
0,1	1,2	746	746	27	0,02	1,2E-02
1	1,1	708	708	25	0,02	8,7E-03
2	1,0	714	714	31	0,02	9,0E-03
5	0,8	714	714	62	0,05	9,6E-03
8	0,7	720	719	75	0,06	1,0E-02
10	0,7	726	726	89	0,07	9,7E-03
15	0,5	757	757	96	0,07	9,3E-03
20	0,5	760	759	84	0,06	9,3E-03
30	0,4	809	809	86	0,07	1,5E-02
40	0,3	835	835	15	0,01	9,0E-03
250 Ncm						
0,1	0,5	91	91	15	0,01	2,3E-04
1	0,0	87	87	18	0,01	1,4E-03
2	0,1	104	104	2	0,00	2,7E-03
5	0,1	91	91	24	0,02	2,3E-03
8	0,2	94	94	19	0,01	2,7E-03
10	0,3	82	82	7	0,01	2,7E-03
15	0,4	88	88	3	0,00	1,7E-03
20	0,1	79	77	24	0,02	1,6E-02
30	0,3	42	43	44	0,03	1,6E-02
40	0,5	77	76	13	0,01	1,9E-02
300 Ncm						
0,1	0,3	253	253	11	0,01	4,1E-03
1	0,1	152	152	31	0,02	4,3E-03
2	0,1	147	147	40	0,03	4,4E-03
5	0,2	169	169	77	0,06	3,1E-03
8	0,0	159	159	100	0,07	3,9E-03
10	0,2	143	143	84	0,06	4,2E-03
15	0,1	145	144	85	0,06	4,2E-03
20	0,0	165	165	93	0,07	3,3E-03
30	0,5	178	178	82	0,06	1,9E-03
40	0,2	179	179	25	0,02	5,0E-03
350 Ncm						
0,1	0,2	91,0	90,9	58,8	0,04	1,0E-03
1,0	0,0	85	85	9	0,01	1,7E-03
2	0,0	79	79	14	0,01	1,8E-03
5	0,1	92	92	11	0,01	1,5E-03
8	0,1	89	89	6	0,00	1,3E-03
10	0,1	53	53	5	0,00	1,8E-03
15	0,2	77	77	10	0,01	1,9E-03
20	0,1	73	73	23	0,02	2,3E-03
30	0,0	78	78	26	0,02	3,5E-04
40	0,2	40	40	4	0,00	1,7E-03
400 Ncm						
0,1	0,0	35	35	88	0,06	1,3E-03
1	0,1	28	28	7	0,01	2,7E-04
2	0,1	14	14	8	0,01	1,1E-03
5	0,1	49	49	14	0,01	3,8E-04
8	0,1	31	31	4	0,00	2,9E-04
10	0,1	41	41	8	0,01	4,8E-04
15	0,1	52	52	12	0,01	7,5E-04
20	0,1	39	39	18	0,01	6,2E-04
30	0,1	44	44	23	0,02	6,0E-04
40	0,0	49	49	36	0,03	8,3E-04

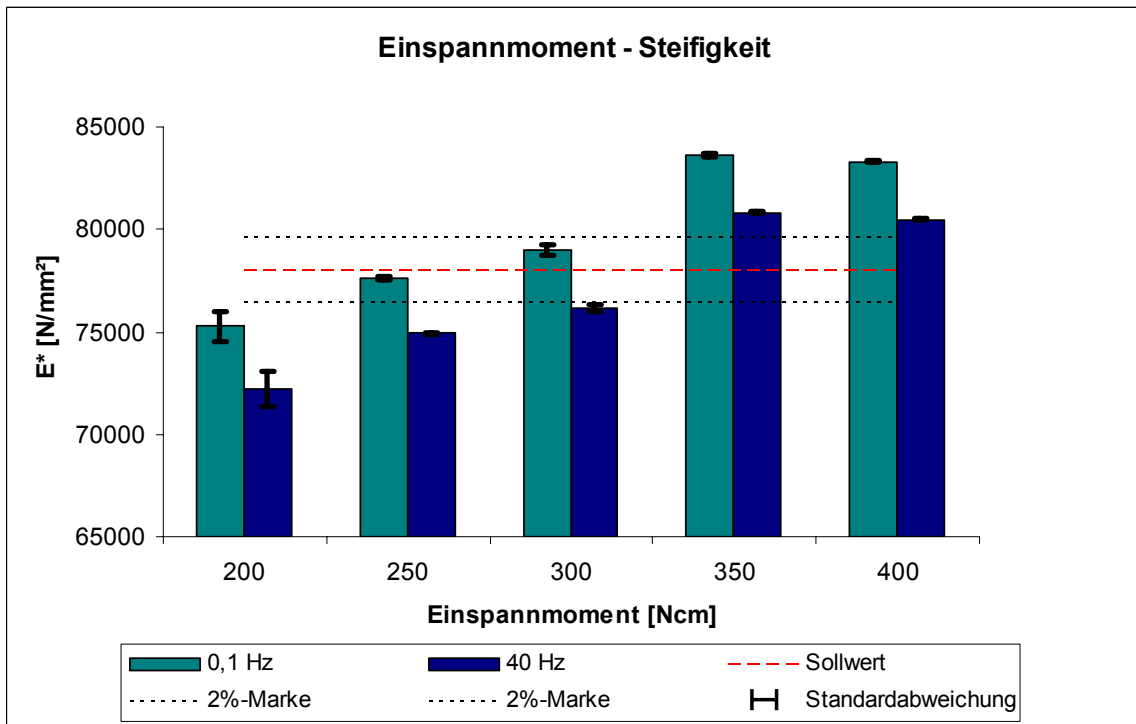


Abbildung B-23: Zusammenhang zwischen Einspannmoment und komplexen Modul E^* für den Versuch 4 PBB mit dem Kalibrierkörper aus Aluminium

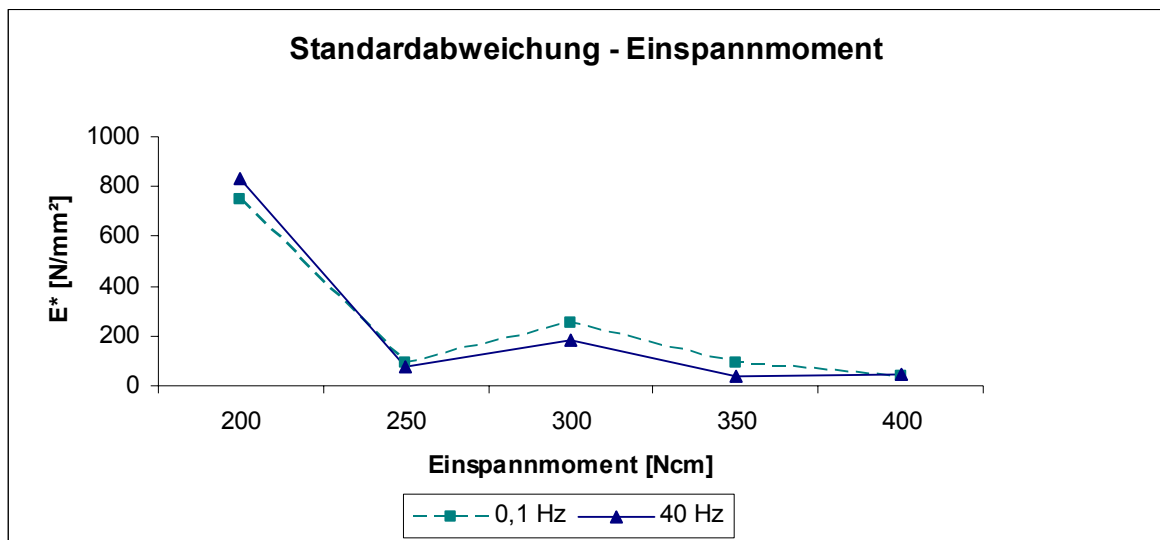


Abbildung B-24: Zusammenhang zwischen der Standardabweichungen von E^* und dem Einspannmoment für den Versuch 4 PBB mit dem Kalibrierkörper aus Aluminium

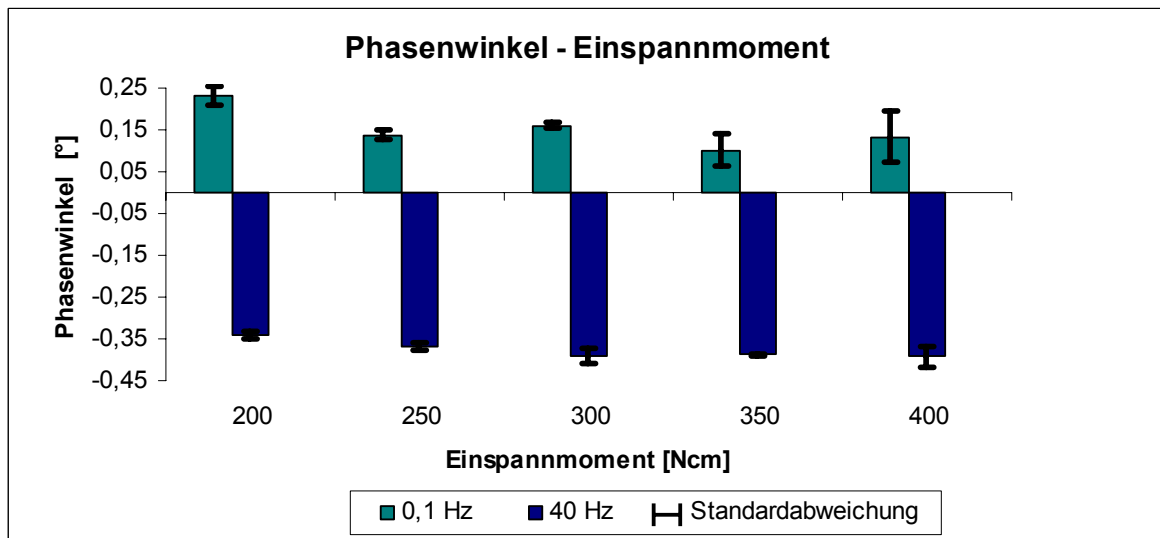


Abbildung B-25: Zusammenhang zwischen dem Phasenwinkel und dem Einspannmoment für den Versuch 4 PBB mit dem Kalibrierkörper aus Aluminium

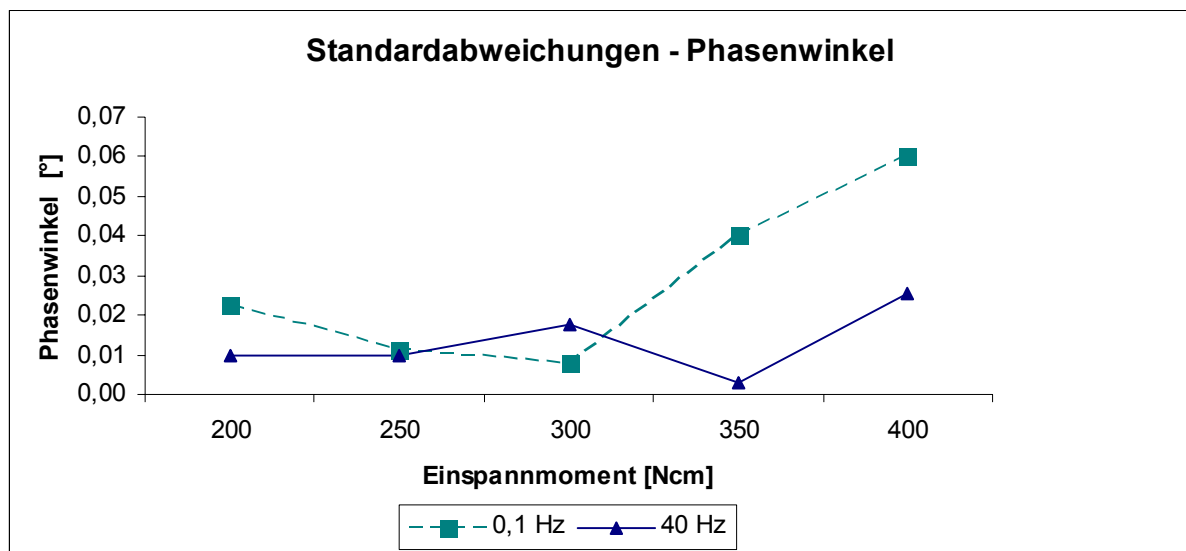


Abbildung B-26: Zusammenhang zwischen der Standardabweichungen vom Phasenwinkel und dem Einspannmoment für den Versuch 4 PBB mit dem Kalibrierkörper aus Aluminium

Tabelle B-31: 4 PBB, Messunsicherheit, Aluminium

Frequenz [Hz]	Dehnung [µm]	E* [N/mm²]	E ₁ [N/mm²]	E ₂ [N/mm²]	Phase Φ [°]	Verhältnis T2/T1	E* [N/mm²]	Messunsicherheit E* [%]
Messunsicherheit-zufällig							MU gesamt	
200 Ncm								
0,1	0,67	431	431	15	1,3E-02	7,1E-03	2776	3,69
1	0,62	409	409	15	1,2E-02	5,0E-03	2678	3,55
2	0,55	412	412	18	1,4E-02	5,2E-03	2681	3,56
5	0,48	412	412	36	2,7E-02	5,6E-03	2719	3,61
8	0,42	415	415	43	3,3E-02	6,0E-03	2787	3,70
10	0,43	419	419	51	3,9E-02	5,6E-03	2883	3,84
15	0,29	437	437	55	4,2E-02	5,4E-03	3222	4,31
20	0,28	439	438	49	3,7E-02	5,4E-03	3796	5,11
30	0,22	467	467	49	3,8E-02	8,9E-03	4079	5,52
40	0,17	482	482	9	5,7E-03	5,2E-03	5805	8,04
250 Ncm								
0,1	0,28	52	52	9	6,4E-03	1,3E-04	363	0,47
1	0,02	50	50	11	7,8E-03	8,1E-04	229	0,29
2	0,08	60	60	1	7,0E-04	1,6E-03	215	0,28
5	0,07	53	53	14	1,0E-02	1,3E-03	256	0,33
8	0,12	54	54	11	8,1E-03	1,6E-03	365	0,47
10	0,15	47	47	4	3,0E-03	1,6E-03	424	0,55
15	0,21	51	51	2	1,2E-03	9,7E-04	752	0,97
20	0,08	46	45	14	1,0E-02	9,1E-03	1305	1,70
30	0,18	24	25	25	1,9E-02	9,1E-03	1526	2,00
40	0,29	44	44	7	5,7E-03	1,1E-02	3077	4,11
300 Ncm								
0,1	0,19	146	146	6	4,6E-03	2,4E-03	1017	1,29
1	0,08	88	88	18	1,3E-02	2,5E-03	1130	1,43
2	0,06	85	85	23	1,7E-02	2,5E-03	1152	1,46
5	0,13	98	98	45	3,2E-02	1,8E-03	1106	1,40
8	0,02	92	92	57	4,2E-02	2,3E-03	1021	1,29
10	0,14	82	82	48	3,5E-02	2,4E-03	950	1,20
15	0,05	83	83	49	3,6E-02	2,4E-03	624	0,79
20	0,01	95	95	54	3,9E-02	1,9E-03	118	0,15
30	0,31	103	102	47	3,4E-02	1,1E-03	258	0,33
40	0,10	104	104	14	1,0E-02	2,9E-03	1854	2,43
350 Ncm								
0,1	0,10	53	52	34	2,3E-02	5,8E-04	5662	6,77
1,0	0,03	49	49	5	3,6E-03	9,6E-04	5743	6,86
2	0,03	46	46	8	5,6E-03	1,0E-03	5729	6,84
5	0,04	53	53	6	4,3E-03	8,8E-04	5731	6,84
8	0,06	51	51	3	2,3E-03	7,6E-04	5627	6,73
10	0,06	31	31	3	2,0E-03	1,1E-03	5536	6,63
15	0,12	45	45	6	3,7E-03	1,1E-03	5200	6,25
20	0,05	42	42	13	9,1E-03	1,3E-03	4647	5,62
30	0,02	45	45	15	1,0E-02	2,0E-04	4384	5,32
40	0,12	23	23	2	1,6E-03	9,9E-04	2797	3,46
400 Ncm								
0,1	0,03	20	20	51	3,5E-02	7,7E-04	5310	6,37
1	0,04	16	16	4	2,9E-03	1,5E-04	5407	6,48
2	0,03	8	8	5	3,2E-03	6,6E-04	5429	6,51
5	0,08	28	28	8	5,6E-03	2,2E-04	5406	6,48
8	0,03	18	18	2	1,7E-03	1,7E-04	5310	6,37
10	0,03	24	24	5	3,3E-03	2,8E-04	5239	6,29
15	0,09	30	30	7	4,6E-03	4,3E-04	4919	5,93
20	0,05	23	23	10	7,2E-03	3,6E-04	4365	5,30
30	0,03	25	25	13	9,0E-03	3,5E-04	4062	4,95
40	0,02	28	28	21	1,5E-02	4,8E-04	2474	3,07

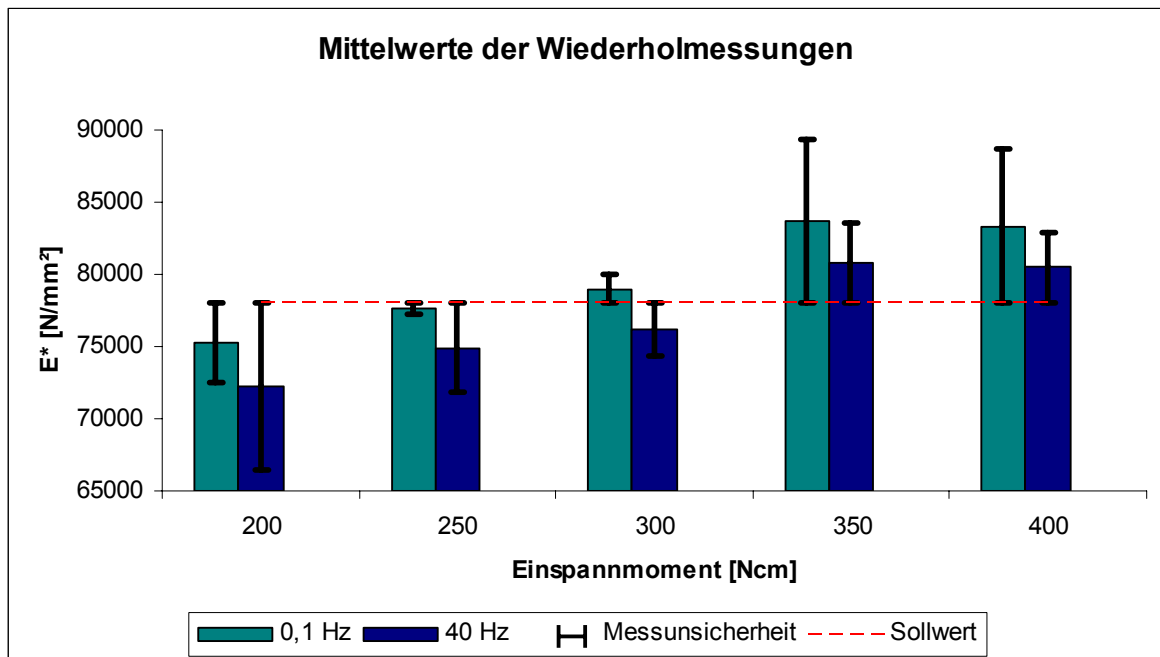


Abbildung B-27: Messunsicherheit für den 4PBB mit dem Kalibrierkörper aus Aluminium bei den unterschiedlichen Einspannmomenten

Tabelle B-32: 4 PBB, Wiederholmessungen Kalibrierung Teflon

Frequenz [Hz]	Dehnung [μm]	E* [N/mm ²]	E ₁ [N/mm ²]	E ₂ [N/mm ²]	Phase Φ [°]	Verhältnis T2/T1
200 Ncm						
0,1	48,9	4284	4283	100	1,3	1,12
1	49,9	4377	4376	80	1,0	1,12
2	49,6	4404	4403	73	1,0	1,13
5	49,8	4429	4429	67	0,9	1,12
8	49,7	4433	4433	61	0,8	1,12
10	49,5	4430	4429	59	0,8	1,12
15	49,4	4410	4409	55	0,7	1,13
20	48,8	4346	4345	61	0,8	1,13
30	48,4	4397	4396	75	1,0	1,13
40	49,4	4234	4234	41	0,6	1,12
0,1	48,1	4245	4243	97	1,3	1,12
1	49,6	4361	4360	73	1,0	1,12
2	49,4	4388	4387	67	0,9	1,12
5	49,7	4415	4414	64	0,8	1,12
8	49,6	4420	4419	61	0,8	1,12
10	49,4	4416	4416	55	0,7	1,12
15	49,3	4393	4393	52	0,7	1,12
20	48,8	4324	4324	60	0,8	1,12
30	49,1	4379	4379	91	1,2	1,13
40	50,0	4216	4216	61	0,8	1,12
0,1	48,2	4254	4252	98	1,3	1,12
1	49,5	4360	4359	76	1,0	1,12
2	49,3	4386	4385	69	0,9	1,12
5	49,6	4414	4414	65	0,8	1,12
8	49,5	4420	4419	59	0,8	1,12
10	49,4	4416	4416	57	0,7	1,12
15	49,3	4394	4394	56	0,7	1,12
20	48,8	4329	4329	68	0,9	1,12
30	49,1	4383	4382	95	1,2	1,13
40	49,3	4229	4228	65	0,9	1,12
250 Ncm						
0,1	48,4	4536	4535	90	1,1	1,11
1	49,7	4643	4642	76	0,9	1,11
2	49,5	4670	4669	70	0,9	1,11
5	49,9	4699	4699	65	0,8	1,11
8	49,7	4706	4706	59	0,7	1,11
10	49,3	4704	4704	57	0,7	1,11
15	49,3	4681	4681	53	0,6	1,11
20	48,8	4622	4622	62	0,8	1,11
30	49,1	4674	4673	79	1,0	1,10
40	49,3	4522	4522	29	0,4	1,11
0,1	49,3	4542	4541	93	1,2	1,11
1	49,6	4645	4644	75	0,9	1,11
2	49,6	4673	4672	71	0,9	1,11
5	49,9	4701	4700	62	0,8	1,11
8	49,7	4707	4706	58	0,7	1,11
10	49,4	4706	4706	55	0,7	1,11
15	49,1	4682	4681	50	0,6	1,11
20	48,8	4621	4621	57	0,7	1,11
30	49,2	4667	4666	81	1,0	1,10
40	49,4	4525	4525	34	0,4	1,11

Fortsetzung Tabelle B-32: 4 PBB, Wiederholmessungen Kalibrierung Teflon

Frequenz [Hz]	Dehnung [μm]	E* [N/mm ²]	E ₁ [N/mm ²]	E ₂ [N/mm ²]	Phase Φ [°]	Verhältnis T2/T1
250 Ncm						
0,1	48,4	4545	4544	93	1,2	1,11
1	49,6	4645	4645	74	0,9	1,11
2	49,4	4670	4670	67	0,8	1,11
5	49,8	4699	4699	62	0,8	1,11
8	49,7	4705	4704	57	0,7	1,11
10	49,4	4703	4703	54	0,7	1,11
15	49,3	4681	4681	52	0,6	1,11
20	48,7	4618	4618	56	0,7	1,11
30	49,1	4670	4669	78	1,0	1,10
40	49,3	4521	4521	29	0,4	1,11
300 Ncm						
0,1	48,5	4611	4610	104	1,3	1,12
1	49,7	4702	4701	76	0,9	1,12
2	49,3	4727	4726	71	0,9	1,12
5	49,5	4754	4753	66	0,8	1,12
8	49,5	4760	4759	61	0,7	1,12
10	49,4	4759	4759	58	0,7	1,12
15	49,2	4736	4736	53	0,6	1,12
20	48,6	4670	4670	60	0,7	1,12
30	49,0	4704	4703	77	0,9	1,10
40	49,1	4576	4576	49	0,6	1,12
350 Ncm						
0,1	48,3	4600	4599	93	1,2	1,12
1	49,6	4704	4703	72	0,9	1,12
2	49,4	4728	4728	68	0,8	1,12
5	49,8	4755	4754	61	0,7	1,12
8	49,6	4763	4762	57	0,7	1,12
10	49,3	4760	4760	56	0,7	1,12
15	49,2	4734	4734	51	0,6	1,12
20	48,7	4671	4670	60	0,7	1,12
30	49,0	4723	4723	85	1,0	1,10
40	49,2	4586	4586	38	0,5	1,12
400 Ncm						
0,1	48,3	4621	4621	84	1,0	1,12
1	49,5	4711	4711	69	0,8	1,12
2	49,3	4736	4735	65	0,8	1,12
5	49,5	4763	4763	60	0,7	1,12
8	49,5	4771	4770	55	0,7	1,12
10	49,3	4767	4766	54	0,6	1,12
15	49,2	4743	4742	51	0,6	1,12
20	48,9	4680	4679	61	0,7	1,12
30	48,1	4734	4733	90	1,1	1,10
40	49,2	4589	4589	45	0,6	1,12
450 Ncm						
0,1	47,4	4497	4494	148	1,9	1,12
1	48,7	4601	4599	132	1,6	1,12
2	48,9	4630	4628	129	1,6	1,12
5	49,2	4648	4646	126	1,5	1,12
8	49,2	4643	4641	121	1,5	1,12
10	49,0	4627	4625	134	1,7	1,12
15	48,9	4608	4606	128	1,6	1,12
20	48,5	4568	4566	130	1,6	1,12
30	48,1	4554	4551	147	1,9	1,11
40	48,9	4367	4366	100	1,3	1,12

Fortsetzung Tabelle B-32: 4 PBB, Wiederholmessungen Kalibrierung Teflon

Frequenz [Hz]	Dehnung [μm]	E* [N/mm ²]	E ₁ [N/mm ²]	E ₂ [N/mm ²]	Phase Φ [°]	Verhältnis T2/T1
350 Ncm						
0,1	48,3	4463	4463	65	0,8	1,12
1	48,7	4560	4559	86	1,1	1,12
2	48,8	4584	4583	86	1,1	1,12
5	49,3	4609	4608	82	1,0	1,12
8	49,4	4619	4618	78	1,0	1,12
10	49,0	4608	4607	78	1,0	1,12
15	48,9	4584	4584	75	0,9	1,12
20	48,0	4524	4524	81	1,0	1,12
30	47,8	4576	4575	94	1,2	1,12
40	49,3	4416	4415	47	0,6	1,12
0,1	46,4	4492	4492	82	1,0	1,12
1	47,8	4579	4579	58	0,7	1,12
2	48,1	4605	4605	50	0,6	1,12
5	48,5	4633	4632	34	0,4	1,12
8	48,3	4637	4637	23	0,3	1,12
10	48,4	4634	4634	17	0,2	1,12
15	48,5	4611	4611	14	0,2	1,12
20	48,0	4546	4546	22	0,3	1,12
30	48,6	4588	4587	69	0,9	1,12
40	48,8	4436	4436	35	0,5	1,12
400 Ncm						
0,1	45,6	4619	4619	90	1,1	1,11
1	48,0	4707	4707	70	0,8	1,11
2	48,3	4720	4720	59	0,7	1,11
5	48,8	4750	4750	60	0,7	1,11
8	48,7	4757	4756	52	0,6	1,11
10	48,6	4752	4752	50	0,6	1,11
15	48,6	4723	4723	50	0,6	1,11
20	48,4	4661	4661	49	0,6	1,11
30	48,6	4699	4699	57	0,7	1,09
40	49,0	4514	4514	28	0,4	1,11
0,1	46,8	4603	4602	76	0,9	1,11
1	48,5	4696	4696	56	0,7	1,11
2	48,5	4723	4723	50	0,6	1,11
5	48,6	4746	4746	34	0,4	1,11
8	48,5	4748	4748	21	0,3	1,11
10	48,8	4749	4749	21	0,3	1,11
15	48,8	4733	4732	16	0,2	1,10
20	48,2	4657	4657	17	0,2	1,11
30	48,7	4676	4676	52	0,6	1,09
40	48,9	4505	4505	42	0,5	1,11
0,1	45,6	4608	4607	72	0,9	1,11
1	47,9	4684	4683	51	0,6	1,11
2	48,2	4703	4703	45	0,5	1,11
5	48,7	4734	4734	32	0,4	1,11
8	48,7	4741	4741	26	0,3	1,11
10	48,5	4740	4740	19	0,2	1,11
15	48,6	4717	4717	12	0,1	1,11
20	48,2	4655	4655	13	0,2	1,11
30	48,8	4683	4682	58	0,7	1,09
40	48,9	4519	4519	54	0,7	1,11

Tabelle B-33: 4 PBB, Mittelwerte Kalibrierung Teflon

Frequenz [Hz]	Dehnung [µm]	E* [N/mm²]	E ₁ [N/mm²]	E ₂ [N/mm²]	Phase Φ [°]	Verhältnis T2/T1
200 Ncm						
0,1	48,4	4261	4260	98	1,32	1,12
1	49,7	4366	4365	76	1,00	1,12
2	49,5	4392	4392	70	0,91	1,12
5	49,7	4419	4419	65	0,85	1,12
8	49,6	4424	4424	60	0,78	1,12
10	49,4	4421	4420	57	0,74	1,12
15	49,3	4399	4399	54	0,71	1,12
20	48,8	4333	4333	63	0,84	1,12
30	48,9	4386	4385	87	1,14	1,13
40	49,6	4226	4226	56	0,75	1,12
250 Ncm						
0,1	48,7	4541	4540	92	1,16	1,11
1	49,6	4644	4644	75	0,93	1,11
2	49,5	4671	4670	70	0,85	1,11
5	49,9	4700	4699	63	0,77	1,11
8	49,7	4706	4705	58	0,71	1,11
10	49,4	4704	4704	56	0,68	1,11
15	49,3	4681	4681	52	0,63	1,11
20	48,8	4620	4620	58	0,72	1,11
30	49,1	4670	4669	80	0,98	1,10
40	49,3	4523	4523	31	0,39	1,11
300 Ncm						
0,1	48,4	4611	4610	94	1,16	1,12
1	49,6	4706	4705	72	0,88	1,12
2	49,3	4730	4730	68	0,82	1,12
5	49,6	4757	4757	62	0,75	1,12
8	49,5	4764	4764	58	0,70	1,12
10	49,3	4762	4762	56	0,67	1,12
15	49,2	4738	4737	52	0,63	1,12
20	48,7	4674	4673	60	0,74	1,12
30	48,7	4721	4720	84	1,02	1,10
40	49,2	4584	4584	44	0,55	1,12
350 Ncm						
0,1	47,4	4484	4483	98	1,26	1,12
1	48,4	4580	4579	92	1,15	1,12
2	48,6	4606	4605	88	1,09	1,12
5	49,0	4630	4629	81	1,00	1,12
8	49,0	4633	4632	74	0,92	1,12
10	48,8	4623	4622	76	0,94	1,12
15	48,8	4601	4600	72	0,90	1,12
20	48,2	4546	4545	78	0,98	1,12
30	48,2	4573	4571	103	1,30	1,12
40	49,0	4406	4406	61	0,79	1,12
400 Ncm						
0,1	46,0	4610	4609	79	0,98	1,11
1	48,1	4696	4695	59	0,72	1,11
2	48,3	4715	4715	51	0,62	1,11
5	48,7	4743	4743	42	0,51	1,11
8	48,6	4749	4749	33	0,40	1,11
10	48,7	4747	4747	30	0,36	1,11
15	48,7	4724	4724	26	0,32	1,11
20	48,3	4658	4657	26	0,33	1,11
30	48,7	4686	4686	55	0,68	1,09
40	48,9	4512	4512	41	0,53	1,11

Tabelle B-34: 4 PBB, Standardabweichungen Kalibrierung Teflon

Frequenz [Hz]	Dehnung [μm]	E* [N/mm ²]	E ₁ [N/mm ²]	E ₂ [N/mm ²]	Phase ϕ [°]	Verhältnis T2/T1
200 Ncm						
0,1	0,4	21	21	2	1,54E-02	1,1E-03
1	0,2	10	9	3	3,88E-02	5,8E-04
2	0,1	10	10	3	3,58E-02	1,1E-03
5	0,1	9	9	2	2,03E-02	1,5E-03
8	0,1	8	8	1	9,23E-03	1,3E-03
10	0,1	8	8	2	2,13E-02	1,5E-03
15	0,0	9	9	2	2,27E-02	1,9E-03
20	0,0	11	11	4	5,58E-02	1,4E-03
30	0,4	9	9	11	1,40E-01	3,1E-03
40	0,4	9	9	13	1,75E-01	5,7E-04
0,1						1,5E-03
250 Ncm						
0,1	0,5	4	4	2	2,07E-02	1,9E-03
1	0,1	1	1	1	9,26E-03	5,7E-04
2	0,1	2	2	2	2,72E-02	8,4E-04
5	0,1	1	1	1	1,71E-02	1,0E-03
8	0,0	1	1	1	1,43E-02	5,3E-04
10	0,0	1	1	1	1,61E-02	8,1E-04
15	0,1	0	0	2	2,08E-02	3,7E-04
20	0,0	2	2	3	3,37E-02	1,1E-03
30	0,0	3	3	2	1,93E-02	1,2E-03
40	0,0	2	2	3	3,96E-02	3,2E-05
0,1						1,0E-03
300 Ncm						
0,1	0,1	11	11	10	1,26E-01	7,2E-04
1	0,1	5	5	3	4,20E-02	9,8E-04
2	0,0	5	5	3	3,44E-02	1,9E-04
5	0,2	5	5	3	3,76E-02	2,8E-04
8	0,1	6	6	3	3,93E-02	8,6E-04
10	0,1	4	4	2	2,86E-02	8,0E-04
15	0,0	4	5	1	1,62E-02	4,7E-04
20	0,1	5	5	1	6,48E-03	3,4E-04
30	0,5	15	15	7	7,90E-02	1,6E-03
40	0,0	7	7	6	7,16E-02	5,1E-04
0,1						3,3E-04
350 Ncm						
0,10	1,0	18	18	44	5,53E-01	2,2E-03
1	0,5	20	20	37	4,58E-01	3,3E-03
2	0,5	23	22	40	4,88E-01	2,1E-03
5	0,4	20	19	46	5,63E-01	2,6E-03
8	0,6	13	12	49	6,08E-01	2,9E-03
10	0,3	14	14	59	7,26E-01	3,0E-03
15	0,2	15	15	57	7,10E-01	2,9E-03
20	0,3	22	21	54	6,79E-01	2,6E-03
30	0,4	17	18	40	5,06E-01	2,4E-03
40	0,3	35	36	34	4,55E-01	6,7E-04
0,1						2,5E-03
400 Ncm						
0,1	0,7	9	8	10	1,18E-01	8,9E-04
1	0,3	12	12	10	1,18E-01	8,8E-04
2	0,2	11	11	7	8,26E-02	1,1E-03
5	0,1	8	8	16	1,90E-01	7,8E-04
8	0,1	8	7	17	2,03E-01	1,0E-03
10	0,1	6	6	17	2,10E-01	1,0E-03
15	0,1	8	8	21	2,55E-01	2,3E-03
20	0,1	3	3	20	2,43E-01	7,4E-04
30	0,1	12	12	3	3,68E-02	1,4E-03
40	0,1	7	7	13	1,63E-01	3,2E-04
0,1						1,9E-03

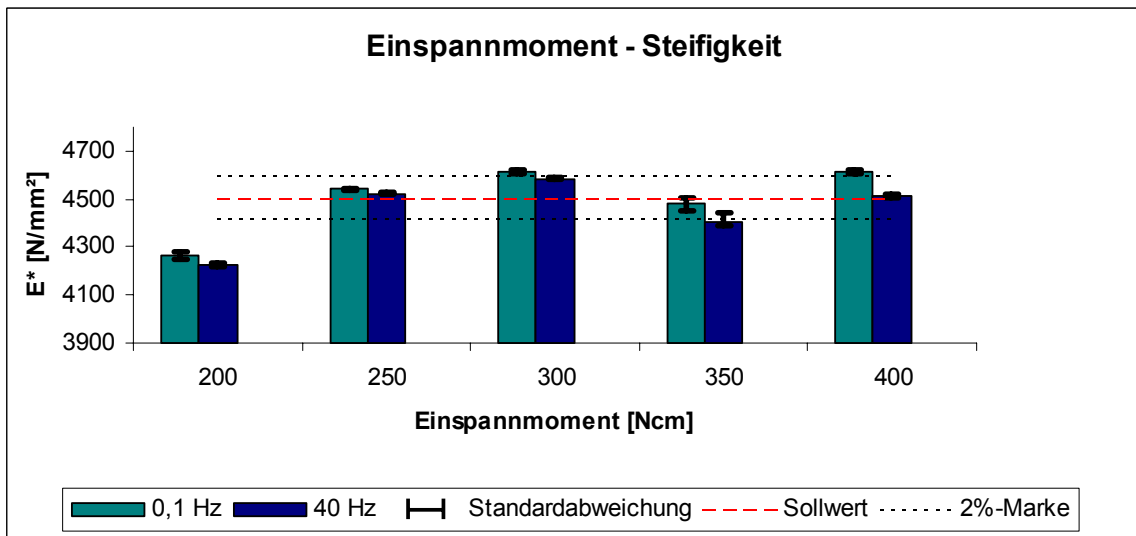


Abbildung B-28: Zusammenhang zwischen Einspannmoment und komplexen Modul E^* bei dem Versuch 4 PBB mit dem Kalibrierkörper aus Teflon

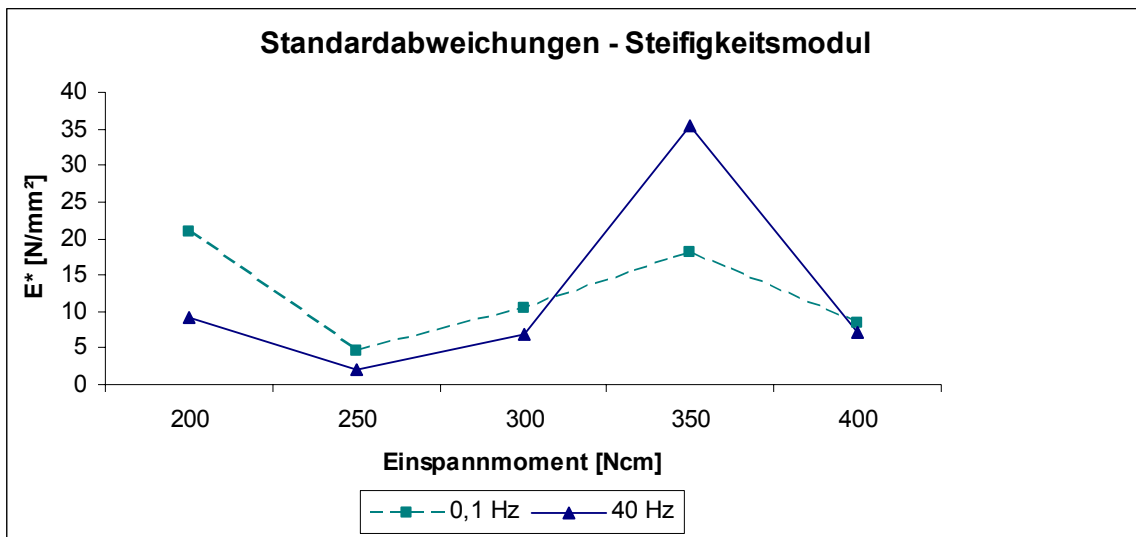


Abbildung B-29: Zusammenhang Standardabweichungen komplexen Modul E^* und dem Einspannmoment bei dem Versuch 4 PBB mit dem Kalibrierkörper aus Teflon

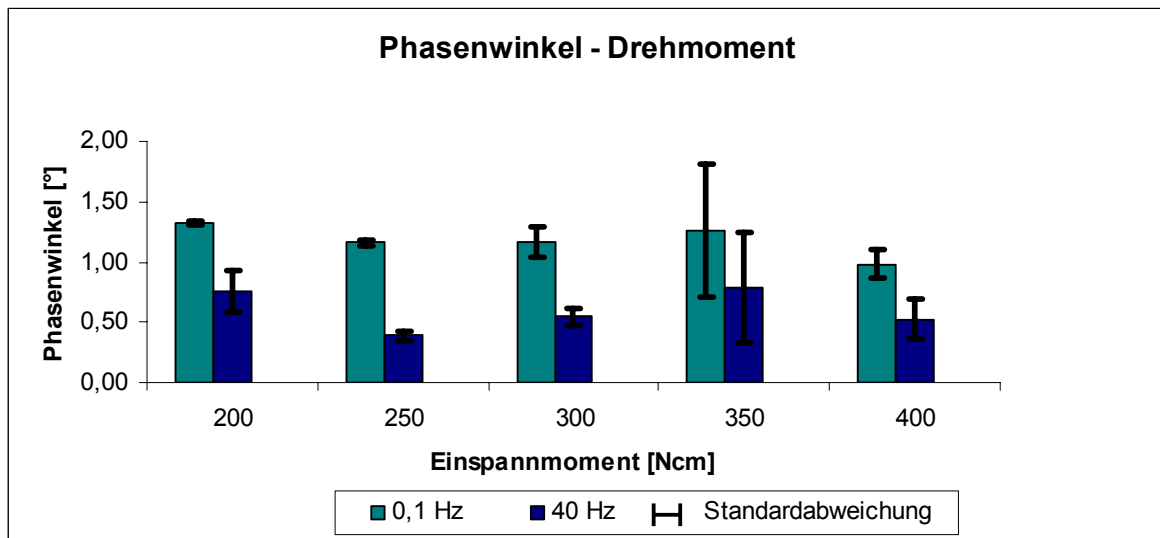


Abbildung B-30: Zusammenhang Phasenwinkel Φ und dem Einspannmoment bei dem Versuch 4 PBB mit dem Kalibrierkörper aus Teflon

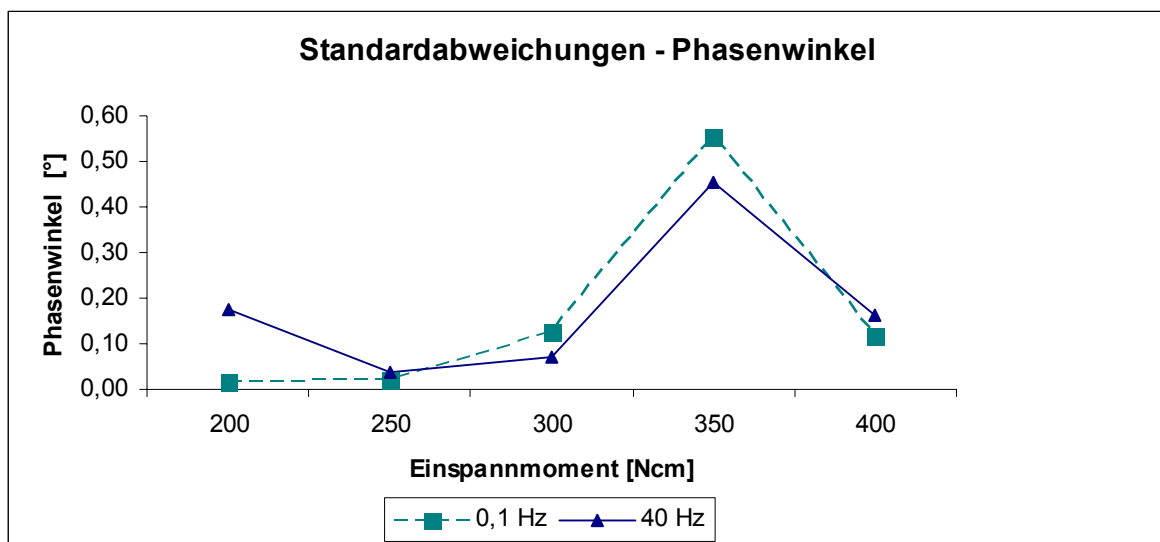


Abbildung B-31: Zusammenhang Standardunsicherheit vom Phasenwinkel Φ und dem Einspannmoment bei dem Versuch 4 PBB mit dem Kalibrierkörper aus Teflon

Tabelle B-35: 4 PBB, Messunsicherheit, Teflon

Frequenz [Hz]	Dehnung [mm]	E* [N/mm ²]	E ₁ [N/mm ²]	E ₂ [N/mm ²]	Phase Φ [°]	Verhältnis T2/T1	E* [N/mm ²]	Messunsicherheit E* [%]
Messunsicherheit						MU gesamt		
200 Ncm								
0,1	0,25	12	12	1	8,88E-03	6,3E-04	239	5,6
1	0,12	5	5	2	2,24E-02	3,4E-04	134	3,1
2	0,08	6	6	2	2,07E-02	6,1E-04	108	2,5
5	0,06	5	5	1	1,17E-02	8,9E-04	81	1,8
8	0,07	5	5	0	5,33E-03	7,3E-04	76	1,7
10	0,05	4	4	1	1,23E-02	8,9E-04	79	1,8
15	0,02	5	5	1	1,31E-02	1,1E-03	101	2,3
20	0,01	6	7	2	3,22E-02	8,3E-04	167	3,9
30	0,25	5	5	6	8,08E-02	1,8E-03	114	2,6
40	0,23	5	5	7	1,01E-01	3,3E-04	274	6,5
250 Ncm								
0,1	0,28	3	3	1	1,20E-02	1,1E-03	41	0,9
1	0,04	1	1	0	5,34E-03	3,3E-04	144	3,1
2	0,05	1	1	1	1,57E-02	4,8E-04	171	3,7
5	0,04	1	1	1	9,87E-03	6,0E-04	200	4,2
8	0,01	1	1	1	8,27E-03	3,1E-04	206	4,4
10	0,03	1	1	1	9,30E-03	4,7E-04	204	4,3
15	0,07	0	0	1	1,20E-02	2,1E-04	181	3,9
20	0,01	1	1	2	1,95E-02	6,3E-04	120	2,6
30	0,02	2	2	1	1,11E-02	7,2E-04	170	3,6
40	0,02	1	1	2	2,28E-02	1,8E-05	23	0,5
300 Ncm								
0,1	0,09	6	6	6	7,29E-02	4,1E-04	111	2,4
1	0,07	3	3	2	2,43E-02	5,6E-04	206	4,4
2	0,02	3	3	2	1,99E-02	1,1E-04	230	4,9
5	0,09	3	3	2	2,17E-02	1,6E-04	257	5,4
8	0,03	3	3	2	2,27E-02	5,0E-04	264	5,5
10	0,05	2	2	1	1,65E-02	4,6E-04	262	5,5
15	0,01	3	3	1	9,36E-03	2,7E-04	238	5,0
20	0,08	3	3	0	3,74E-03	1,9E-04	174	3,7
30	0,29	9	9	4	4,56E-02	9,4E-04	221	4,7
40	0,02	4	4	3	4,13E-02	2,9E-04	84	1,8
350 Ncm								
0,1	0,56	11	10	25	3,19E-01	1,3E-03	19	0,4
1,0	0,30	12	11	21	2,65E-01	1,9E-03	81	1,8
2	0,27	13	13	23	2,82E-01	1,2E-03	107	2,3
5	0,24	11	11	26	3,25E-01	1,5E-03	130	2,8
8	0,32	7	7	28	3,51E-01	1,7E-03	133	2,9
10	0,18	8	8	34	4,19E-01	1,7E-03	123	2,7
15	0,14	8	8	33	4,10E-01	1,7E-03	101	2,2
20	0,15	13	12	31	3,92E-01	1,5E-03	48	1,1
30	0,24	10	11	23	2,92E-01	1,4E-03	73	1,6
40	0,16	20	21	20	2,62E-01	3,9E-04	96	2,2
0,1						1,5E-03		
400 Ncm								
0,1	0,38	5	5	6	6,78E-02	5,2E-04	110	2,4
1	0,18	7	7	6	6,80E-02	5,1E-04	196	4,2
2	0,10	6	6	4	4,77E-02	6,4E-04	215	4,6
5	0,05	5	5	9	1,10E-01	4,5E-04	244	5,1
8	0,06	4	4	10	1,17E-01	5,7E-04	249	5,2
10	0,08	4	4	10	1,21E-01	5,9E-04	247	5,2
15	0,07	5	5	12	1,47E-01	1,4E-03	224	4,7
20	0,07	2	2	11	1,40E-01	4,3E-04	158	3,4
30	0,06	7	7	2	2,12E-02	8,4E-04	186	4,0
40	0,04	4	4	7	9,41E-02	1,9E-04	13	0,3

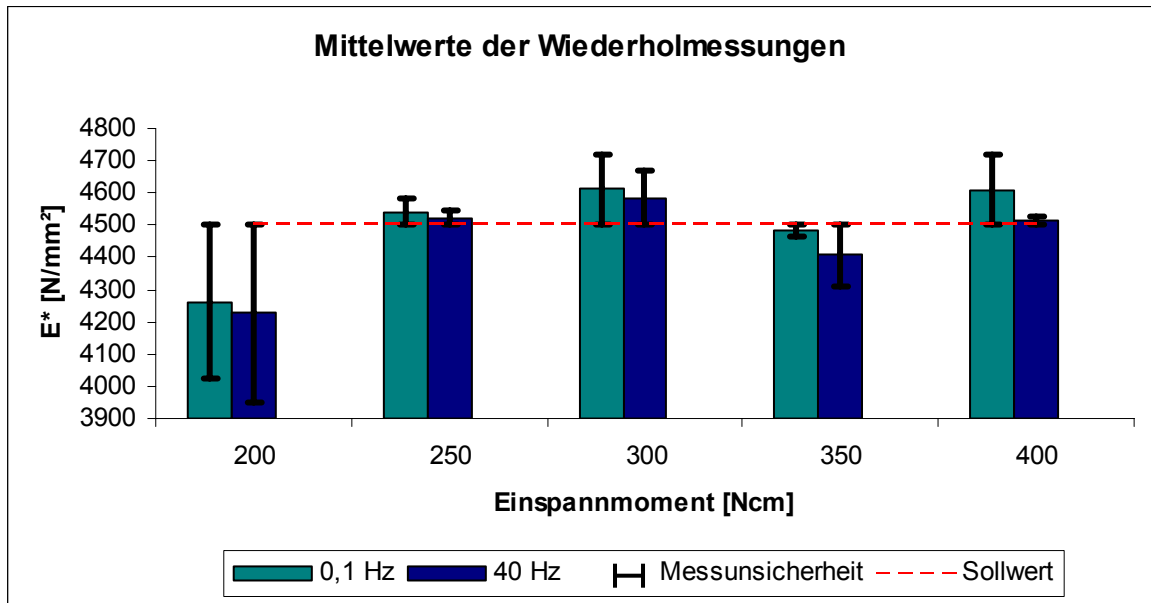


Abbildung B-32: Messunsicherheit für den 4PBB mit dem Kalibrierkörper aus Teflon bei den unterschiedlichen Einspannmomenten

Anhang C: Qualitätsregelkarten für ausgewählte Versuche

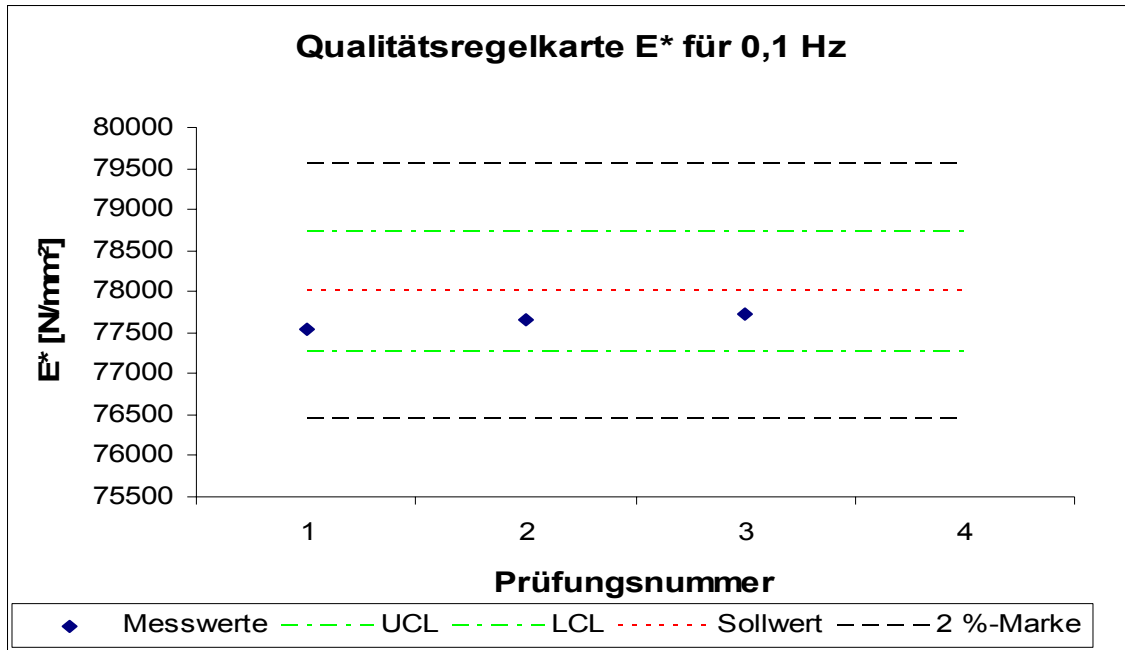


Abbildung C-1: Schema einer Regelkarte für den Kalibrierversuch am 4 PBB für den Kalibrierkörper aus Aluminium, E* bei einer Frequenz von 0,1 Hz

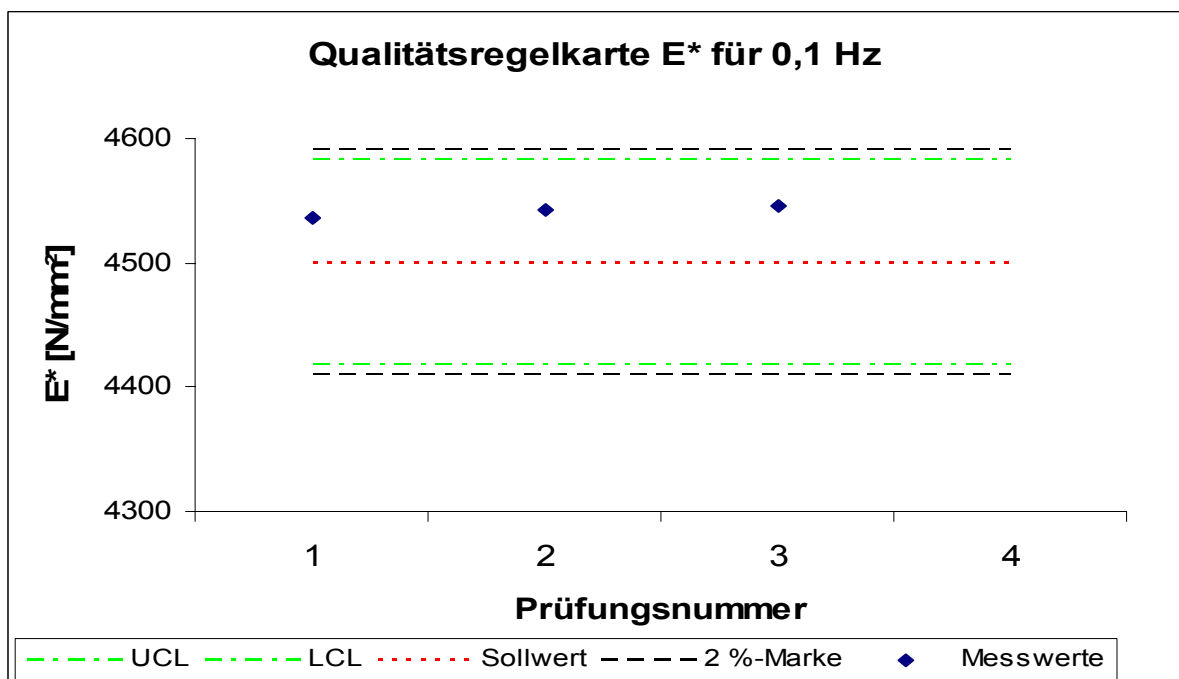


Abbildung C-2: Schema einer Regelkarte für den Kalibrierversuch am 4 PBB für den Kalibrierkörper aus Teflon, E* bei einer Frequenz von 0,1 Hz

Entwurf VA 005 - Messunsicherheit

Inhalt

1	ZWECK	2
2	ANWENDUNGSBEREICH	2
3	BEGRIFFE, ABKÜRZUNGEN, DEFINITIONEN	2
	3.1 Abkürzungen	2
	3.2 Begriffe und Definitionen.....	2
4	ABLÄUFE UND VERANTWORTLICHKEITEN	6
	4.1 Einflussgrößen auf die Messunsicherheit.....	6
	4.2 Allgemeines Verfahren der Unsicherheitsermittlung	7
	4.2.1 Spezifizierung der Messgröße	8
	4.2.2 Identifizierung der Quellen der Unsicherheit.....	8
	4.2.3 Quantifizierung der Unsicherheitskomponente	8
	4.2.4 Berechnung der Gesamtunsicherheit.....	8
	4.2.5 Erweiterte Messunsicherheit U	10
	4.3 Ablauf für die Bestimmung der Messunsicherheit mit laborinternen Validierungsdaten.....	11
	4.3.1 Prüfung der Präzision.....	12
	4.3.2 Prüfung der Richtigkeit.....	12
	4.3.3 Berechnung der Messunsicherheit	13
	4.3.4 Berechnung der Messunsicherheit eines korrigierten Messergebnis.....	13
	4.4 Bestimmung der Messunsicherheit mit Ringversuchsdaten	14
	4.4.1 Numerische Ausreißertests.....	15
	4.4.2 Ermittlung der Vergleichvarianz.....	17
	4.4.3 Bestimmung der Messunsicherheit	19
5	DOKUMENTENLENKUNG	20
6	MITGELTENDE QM-DOKUMENTE	20
7	ANLAGEN	20

Änderungshinweise:

--

QMB	LL			Ausgabe	1
				Datum	15.10.2007

1. Zweck

Mit dieser Verfahrensweisung werden Methoden zur Bestimmung der Messunsicherheit von Prüfverfahren beschrieben.

2. Anwendungsbereich

ISTU-Labor-intern festzulegen

3. Begriffe, Abkürzungen, Definitionen

3.1 Abkürzungen

LL	Laborleitung
QMB	Qualitätsmanagementbeauftragter
PL	Projektleiter
AGL	Arbeitsgruppenleiter
SB	Sachbearbeiter
QMH	Qualitätsmanagementhandbuch
VA	Verfahrensweisung
AA	Arbeitsanweisung
CL	Checkliste
E	Entscheidung
D	Durchführung
M	Mitarbeit
I	Information

3.2 Begriffe und Definitionen

Standardabweichung

Für eine Reihe von Messungen derselben Messgröße die Größe s , welche die Streuung der Ergebnisse charakterisiert.

Genauigkeit

Das Ausmaß der Annäherung zwischen einem Ermittlungsergebnis und dem anerkannten Bezugswert. Die Genauigkeit eines Messverfahrens wird über die beiden Kennwerte Richtigkeit und Präzision ausgedrückt.

Interne Vergleichbedingungen

Das Messverfahren wird von verschiedenen Laboranten durchgeführt, und die Wiederholung der Messung erfolgt nach einem längeren Zeitabstand.

Messabweichung

Bei jeder Messung entstehen durch veränderliche Einflussgrößen unterschiedliche Ergebnisse. Messabweichungen werden in zwei Komponenten unterteilt. Zufällige Abweichungen treten bei jeder Messung auf, sind nicht vorhersehbar, und werden für die Berechnung der Messunsicherheit über die Wiederholstandardabweichung erfasst. Systematische Abweichungen treten unter gleichen Messbedingungen immer mit demselben Wert auf und werden über die systematische Abweichung erfasst.

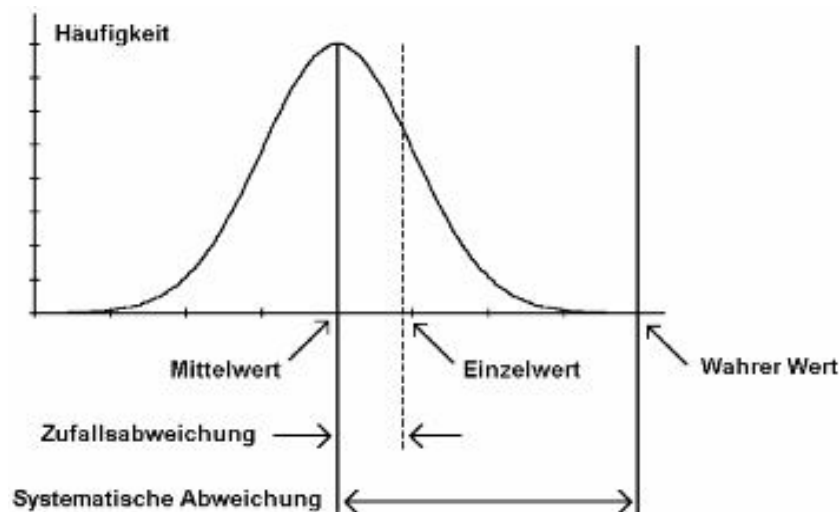


Abbildung 1: Messwerte bei gleichzeitigem Auftreten von zufälligen und systematischen Abweichungen

Messunsicherheit

Dem Messergebnis zugeordneter Parameter, der die Streuung der Werte kennzeichnet, die vernünftigerweise der Messgröße zugeordnet werden können. Die in einem Verfahren errechnete Messunsicherheit drückt somit die Stärke des Vertrauens aus, mit der man annimmt, dass der gemessene Wert innerhalb eines bestimmten Intervalls liegt. Die Messunsicherheit setzt sich aus folgenden Komponenten zusammen (siehe Abbildung 2).

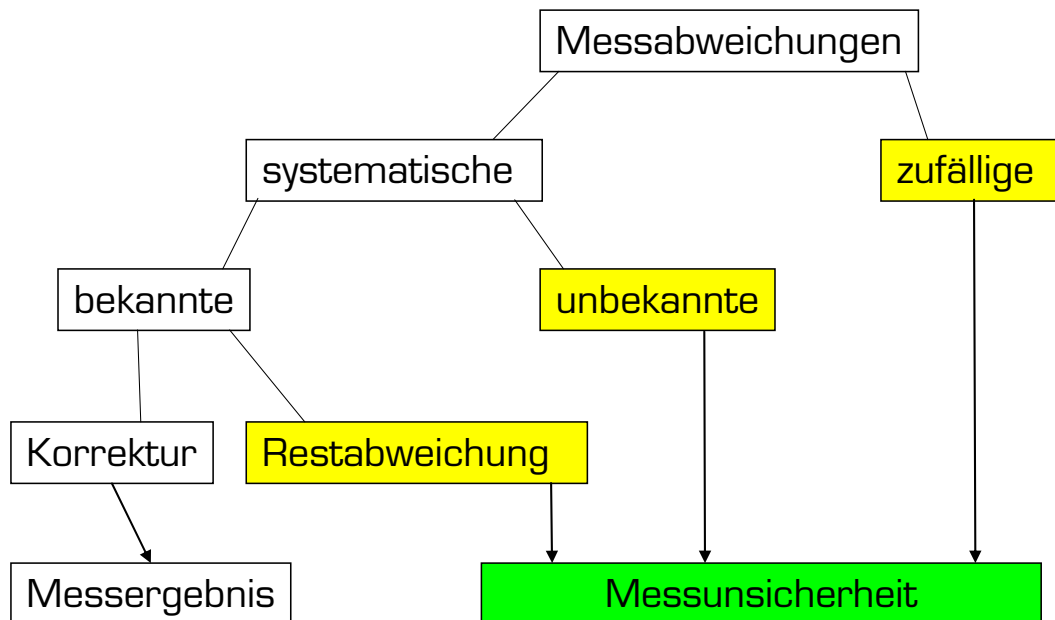


Abbildung 2: Komponenten der Messunsicherheit

Präzision

Das Ausmaß der gegenseitigen Annäherung zwischen unabhängigen Ermittlungsergebnissen, die unter festgelegten Bedingungen gewonnen sind. Man unterscheidet Wiederhol- und Vergleichpräzision. Die Präzision wird mit Hilfe der Wiederholstandardabweichung bzw. der Vergleichstandardabweichung ausgedrückt.

Richtigkeit

Das Ausmaß der Annäherung zwischen dem Mittelwert aus einer großen Serie von Ermittlungsergebnissen und einem anerkannten Bezugswert. Die Richtigkeit wird über die systematische Abweichungskomponente ausgedrückt.

Ringversuch

Ein Versuch unter Labors, bei dem die Leistungsfähigkeit jedes Labors bei einem vereinheitlichten Messverfahren am identischen Material untersucht wird.

Systematische Abweichungskomponente

Die Differenz zwischen dem Erwartungswert der Ermittlungsergebnisse und einem anerkannten Bezugswert.

Systematische Abweichungskomponente eines Labors

Die Differenz zwischen dem Erwartungswert der Ermittlungsergebnisse eines einzelnen Labors und einem anerkannten Bezugswert.

Vergleichbedingungen

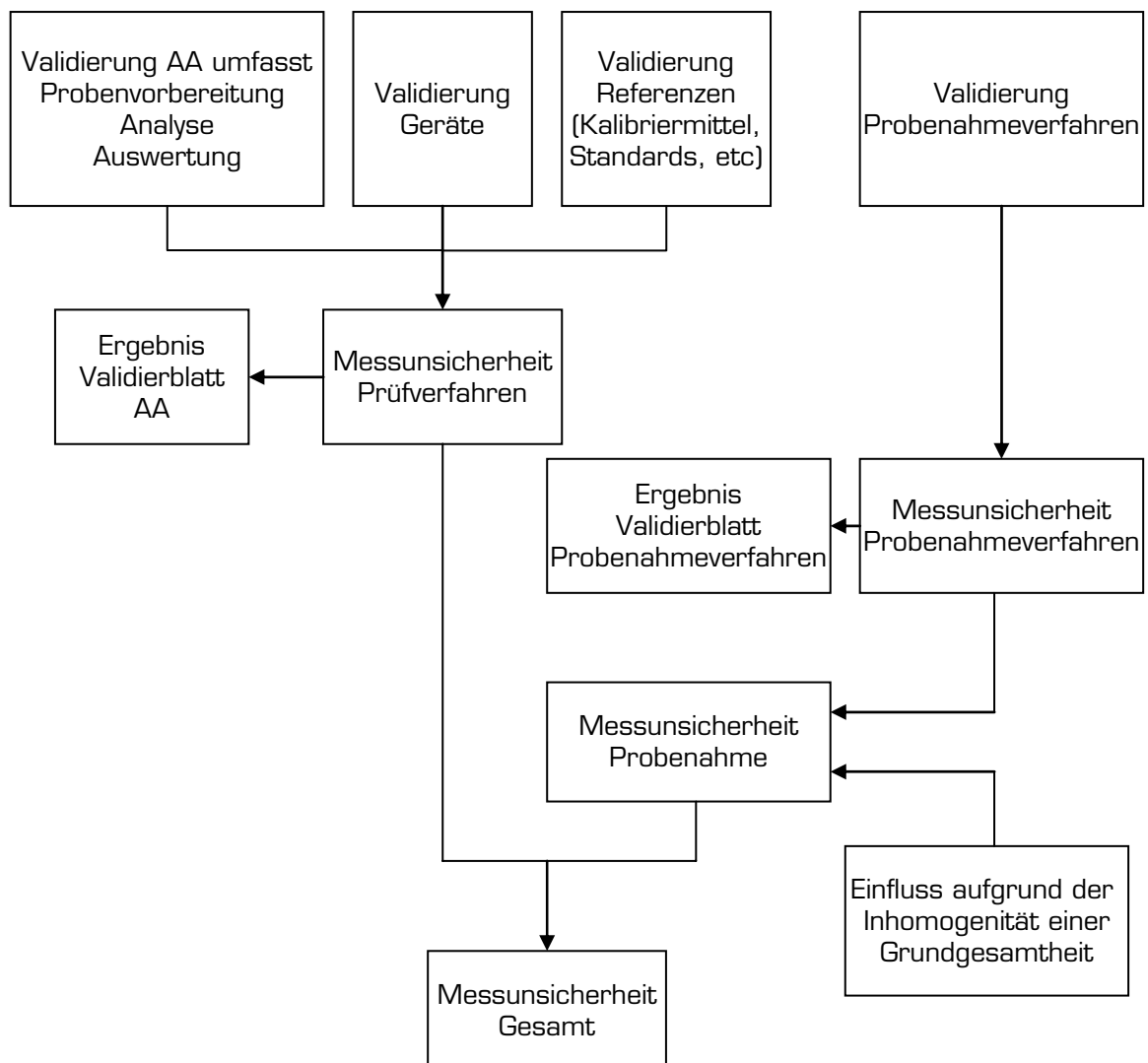
Bedingungen bei der Gewinnung von voneinander unabhängigen Ermittlungsergebnissen. Das Prüfverfahren wird an identischen Untersuchungsobjekten in verschiedenen Labors durch verschiedene Laboranten mit verschiedenen Geräteausrüstungen durchgeführt.

Wiederholbedingungen

Bedingungen bei der Gewinnung von voneinander unabhängigen Ermittlungsergebnissen. Das Prüfverfahren wird an identischen Untersuchungsobjekten im selben Labor durch denselben Laboranten mit derselben Geräteausrüstung in kurzen Zeitabständen durchgeführt.

4. Abläufe und Verantwortlichkeiten

4.1 Einflussgrößen auf die Messunsicherheit



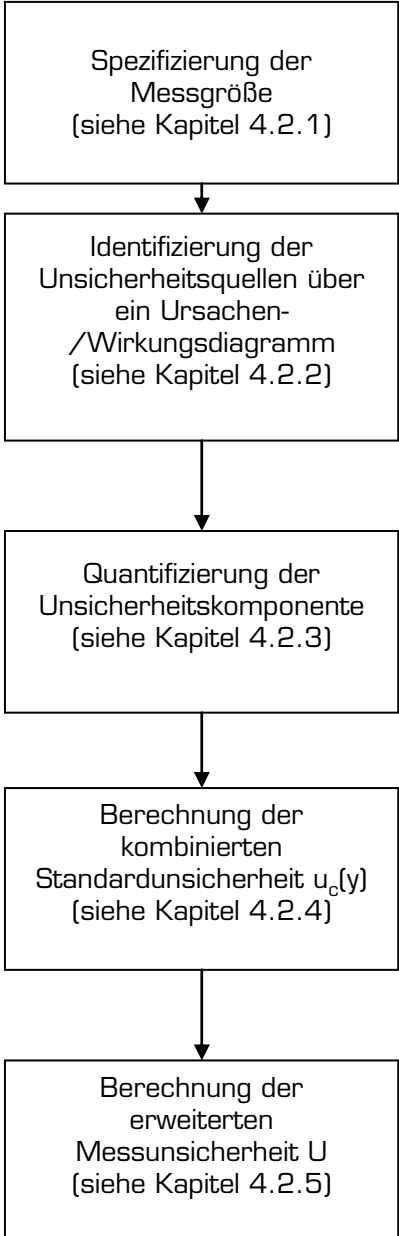
VA 005

**Entwurf Verfahrensweisung
Messunsicherheit**

Ausgabe 1

Seite 7 von 22

4.2 Allgemeines Verfahren der Unsicherheitsermittlung

Ablauf	Dokumentation
 <pre> graph TD A[Spezifizierung der Messgröße (siehe Kapitel 4.2.1)] --> B[Identifizierung der Unsicherheitsquellen über ein Ursachen-/Wirkungsdiagramm (siehe Kapitel 4.2.2)] B --> C[Quantifizierung der Unsicherheitskomponente (siehe Kapitel 4.2.3)] C --> D[Berechnung der kombinierten Standardunsicherheit u_c(y) (siehe Kapitel 4.2.4)] D --> E[Berechnung der erweiterten Messunsicherheit U (siehe Kapitel 4.2.5)] </pre> <p>Spezifizierung der Messgröße (siehe Kapitel 4.2.1)</p> <p>Identifizierung der Unsicherheitsquellen über ein Ursachen-/Wirkungsdiagramm (siehe Kapitel 4.2.2)</p> <p>Quantifizierung der Unsicherheitskomponente (siehe Kapitel 4.2.3)</p> <p>Berechnung der kombinierten Standardunsicherheit $u_c(y)$ (siehe Kapitel 4.2.4)</p> <p>Berechnung der erweiterten Messunsicherheit U (siehe Kapitel 4.2.5)</p>	<p>ISTU-Labor-intern festzulegen</p>

4.2.1 Spezifizierung der Messgröße

Die Messgröße ist deutlich zu beschreiben, insbesondere ist die Beziehung zwischen der Messgröße und den Parametern, von denen sie abhängt, anzuführen. Weiters sollte festgelegt werden, ob die Probeentnahme in die Unsicherheitsberechnung mit einbezogen wird.

4.2.2 Identifizierung der Quellen der Unsicherheit

Alle möglichen Quellen, die einen Einfluss auf das Messergebnis haben können, sind mit Hilfe eines Ursachen-/Wirkungsdiagramm aufzulisten (siehe Abbildung 3).

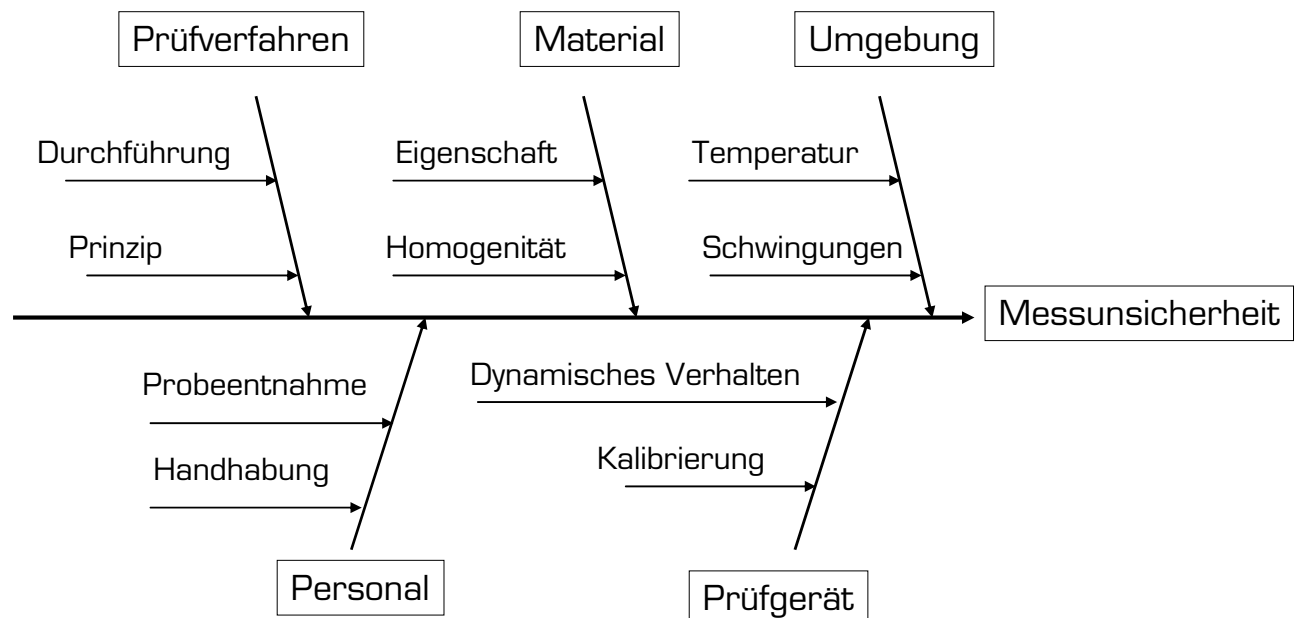


Abbildung 3: Ursachen-/Wirkungsdiagramm

4.2.3 Quantifizierung der Unsicherheitskomponente

Dies kann dadurch erfolgen, dass für jede Unsicherheitsquelle eine Standardunsicherheit berechnet wird. Diese wird entsprechend Kapitel 4.2.4 zu einer Gesamtunsicherheit kombiniert. Es besteht auch die Möglichkeit, einen gemeinsamen Anteil der Unsicherheit für eine Anzahl verschiedener Quellen zu messen. Die zu diesem Zweck herangezogenen Daten stammen aus Validierungsversuchen (siehe Kapitel 4.3) oder Ringversuchen (siehe Kapitel 4.4).

4.2.4 Berechnung der Gesamtunsicherheit

Bevor eine Kombination der Unsicherheitskomponenten möglich ist, müssen alle Anteile in Form einer Standardunsicherheit vorliegen. Die Standardunsicherheit wird durch die Standardabweichung ausgedrückt.

Wird die Unsicherheitskomponente experimentell bestimmt, so errechnet sich die Standardunsicherheit aus dem Standardfehler des Mittelwertes:

$$u(x_i) = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}}{\sqrt{n}} = \frac{s(x_i)}{\sqrt{n}}$$

Legende:

- n Anzahl der Wiederholmessungen einer Messwertreihe
- s(x_i) Standardabweichung einer Messwertreihe x
- x_i i-te Messgrößen
- \bar{x} arithmetischer Mittelwert
- u(x_i) Standardunsicherheit der Messgröße x

Liegen keine experimentellen Daten vor, erfolgt die Berechnung der Standardunsicherheit u(x_i) wie folgt. Ein Vertrauensniveau mit einem Vertrauensbereich ist z.B. in der Form ±0,2 bei 95 % angegeben, so ist der Wert durch den entsprechenden Faktor der Normalverteilung für dieses Vertrauensniveau zu teilen.

$$u(x_i) = \frac{\text{angegebenerWert}}{\text{Erweiterungsfaktor}}$$

$$\text{z.B. : } u(x_i) = \frac{0,2}{1,96} = 0,102$$

Tabelle 1: Faktoren für das entsprechende Vertrauensniveau einer Normalverteilung

Vertrauensniveau	Faktor
90 %	1,64
95 %	1,96
99 %	2,58

Die kombinierte Standardunsicherheit u_c(y) wird aus den einzelnen Unsicherheitskomponenten u(x_i) berechnet. Die kombinierte Standardunsicherheit kennzeichnet die Streuung des gesamten Messergebnisses y.

Liegen alle Komponenten in Form einer Standardunsicherheit vor und ist die Messgröße als Funktion ihrer Parameter x_i beschrieben, wird die kombinierte Standardunsicherheit wie folgt berechnet:

VA 005

Entwurf Verfahrensweisung
Messunsicherheit

Ausgabe 1

Seite 10 von 22

$$u_c(y) = \sqrt{\left(\sum_{i=1}^N \frac{\partial f}{\partial x_i} u(x_i)\right)^2}$$

Dabei beschreibt der Empfindlichkeitskoeffizient c_i die Veränderung der Messgröße bei Variation für die Eingangsgrößen X_i . Er errechnet sich wie folgt:

$$c_i = \left. \frac{\partial f}{\partial X_i} \right|_{X_1=x_1, \dots, X_N=x_N}$$

Legende:

- $s(x_i)$ Standardabweichung einer Messwertreihe x
- x_i i -te Messgrößen (Parameter, von denen das Messergebnis abhängt)
- \bar{x} arithmetischer Mittelwert
- $u(x_i)$ Standardunsicherheit der Messgröße x
- $u_c(y)$ kombinierte Unsicherheit des Messergebnisses y
- y Messergebnis
- f Funktionsbeziehung zwischen dem Messergebnis y und den Parametern x_i
- c_i Empfindlichkeitskoeffizient
- N Anzahl der Parameter, von denen y abhängt

4.2.5 Erweiterte Messunsicherheit U

Die kombinierte Standardunsicherheit $u_c(y)$ wird mit einem Erweiterungsfaktor k multipliziert.

- $k = 2$ liefert einen Grad des Vertrauens von 95 %
- $k = 3$ liefert einen Grad des Vertrauens von 99 %

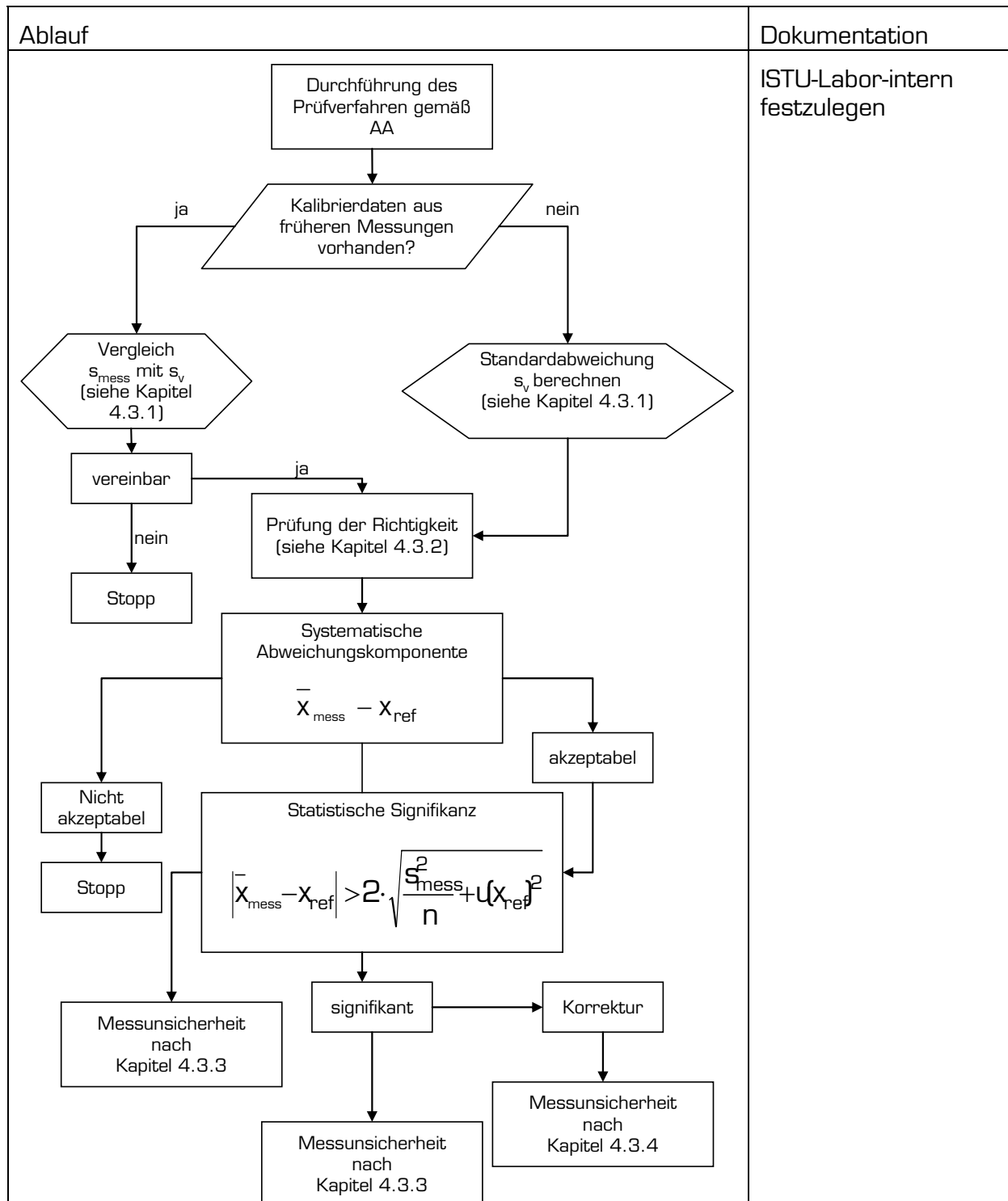
Die erweiterte Messunsicherheit beträgt:

$$U = k \cdot u_c(y)$$

Legende:

- $u_c(y)$ kombinierte Unsicherheit des Messergebnisses y
- y Messergebnis
- k Erweiterungsfaktor

4.3 Ablauf für die Bestimmung der Messunsicherheit mit labor-internen Validierungsdaten



Für die Bestimmung der Messunsicherheit wird das Prüfverfahren an einem geeigneten Referenzmaterial (z.B. Kalibrierkörper) unter laborinternen Vergleichbedingungen durchgeführt. Dabei werden die erhaltenen Messwerte mit den bekannten Referenzwerten verglichen. Das Prinzip der Messunsicherheitsermittlung beruht auf dem Grundprinzip: *Genauigkeit = Richtigkeit und Präzision*. Die Ermittlung der Messunsicherheit besteht aus folgenden Schritten:

- Prüfung der Präzision;
- Prüfung auf systematischen Abweichungskomponenten des Messverfahrens;
- gegebenenfalls eine Korrektur der systematischen Abweichungskomponente;
- Ermittlung der Messunsicherheit;

4.3.1 Prüfung der Präzision

Als erstes wird die Präzision des Prüfverfahrens unter laborinternen Vergleichbedingungen ermittelt. Hierfür wird die Standardabweichung aus früheren Messungen an dem Referenzmaterial herangezogen. Diese wird als „Verfahrenspräzision“ und die dazugehörige Standardabweichung als „Verfahrensstandardabweichung“ s_v bezeichnet.

Die Standardabweichung s_{mess} der durchgeführten Messung sollte in etwa mit der Verfahrensstandardabweichung übereinstimmen.

4.3.2 Prüfung der Richtigkeit

Die Richtigkeit eines Prüfverfahrens wird über die systematische Abweichungskomponente ausgedrückt. Die systematische Abweichung ermittelt sich aus der Differenz des Mittelwertes der Messwertreihe am Referenzobjekt und des Referenzwertes. Ist diese Abweichung nicht akzeptabel, sollten die einzelnen Verfahrensschritte und das Prüfgerät auf mögliche Unzulänglichkeiten überprüft werden. Ist die Abweichung akzeptabel, wird als nächster Schritt die statistische Signifikanz überprüft. Statistische Signifikanz liegt vor, wenn folgende Bedingung erfüllt ist:

$$\left| \bar{x}_{\text{mess}} - x_{\text{ref}} \right| > 2 \cdot \sqrt{\frac{s_{\text{mess}}^2}{n} + u(x_{\text{ref}})^2}$$

Legende:

n	Anzahl der Prüfungen einer Messwertreihe unter Wiederhol- bzw. Vergleichbedingungen
s_{mess}	Standardabweichung von n Messwerten
$u(x_{\text{ref}})$	Messunsicherheit des Referenzmaterials
\bar{x}_{mess}	Mittelwert der Messwertreihe
x_{ref}	Referenzwert

Wenn keine statistische Signifikanz vorliegt, kann mit 4.3.3 fortgefahren werden. Liegt statistische Signifikanz vor, kann das Messergebnis wie folgt korrigiert werden:

$$x_{\text{korr}} = x_{\text{mess}} - \Delta = x_{\text{mess}} - (\bar{x}_{\text{mess}} - x_{\text{ref}})$$

Legende:

x_{korr}	Korrigiertes Messergebnis
x_{mess}	Messergebnis
\bar{x}_{mess}	Mittelwert der Messwertreihe
x_{ref}	Referenzwert
x_{unkorr}	Unkorrigiertes Messergebnis
Δ	Mittlere systematische Abweichung

Wird das Messergebnis nicht korrigiert, so wird die systematische Abweichung mit eingerechnet (siehe 4.3.3).

4.3.3 Berechnung der Messunsicherheit

Die Messunsicherheit eines nicht korrigierten Ergebnisses errechnet sich wie folgt:

$$u(x_{\text{unkorr}}) = \sqrt{s_v^2 + \frac{s_{\text{mess}}^2}{n} + u(x_{\text{ref}})^2 + (\bar{x}_{\text{mess}} - x_{\text{ref}})^2}$$

4.3.4 Berechnung der Messunsicherheit eines korrigierten Messergebnis

Wird das Messergebnis korrigiert so wird die Messunsicherheit wie folgt berechnet:

$$u(x_{\text{korr}}) = \sqrt{s_v^2 + \frac{s_{\text{mess}}^2}{n} + u(x_{\text{ref}})^2}$$

Legende:

n	Anzahl der Prüfungen einer Messwertreihe unter Wiederhol- bzw. Vergleichbedingungen
s_{mess}	Standardabweichung von n Messwerten
s_v	Verfahrensstandardabweichung
$u(x_{\text{korr}})$	Messunsicherheit des korrigierten Messergebnisses der Messwertreihe
$u(x_{\text{ref}})$	Messunsicherheit des Referenzmaterials
$u(x_{\text{unkorr}})$	Messunsicherheit des unkorrigierten Messergebnisses der Messwertreihe
x_{korr}	Korrigiertes Messergebnis
x_{mess}	Messergebnis
\bar{x}_{mess}	Mittelwert der Messwertreihe
x_{ref}	Referenzwert
x_{unkorr}	Unkorrigiertes Messergebnis
Δ	Mittlere systematische Abweichung

4.4 Bestimmung der Messunsicherheit mit Ringversuchsdaten

Mit der so genannte „Vergleichstandardabweichung“ s_R , wird die Messunsicherheit eines Prüfverfahrens abgeschätzt. Die, in einem Ringversuch ermittelte Vergleichstandardabweichung kann für ein Prüfverfahren als Messunsicherheit dokumentiert werden, wenn folgende Punkte eingehalten werden:

- die Durchführung des Prüfverfahrens muss entsprechend der Norm erfolgen;
- Prüfbedingungen müssen mit denjenigen des Ringversuches übereinstimmen;
- Prüfmaterial muss mit demjenigen des Ringversuchs übereinstimmen;

Ablauf	Dokumentation
<pre> graph TD A["Daten aus Ringversuch Mittelwert und Standardabweichung je Labor"] --> B["Numerische Ausreißertests Cochran, Grubbs Siehe Kapitel 4.4.1"] B --> C["Ausreißer"] C --> D["streichen"] B --> E["Mittelwert Wiederholvarianz Varianz zwischen den Labors Vergleichvarianz Gemäß Kapitel 4.4.2"] E --> F["Messunsicherheit u (siehe Kapitel 4.4.3)"] </pre>	<p>ISTU-Labor-intern festzulegen</p>

4.4.1 Numerische Ausreißertests

Jedes Labor führt n Messungen durch, wobei jeweils die arithmetischen Mittelwerte \bar{y}_i und Standardabweichung s_i berechnet werden. Anschließend erfolgt eine Überprüfung der Werte auf statistische Ausreißer. Die entsprechenden Grenzwerte sind in der DIN ISO 5725-1 aufgelistet.

4.4.1.1 Cochran-Test

Bei diesem Test wird die Streuung von Messergebnissen innerhalb eines Labors bewertet. Dabei wird die größte Standardabweichung s_i einer Messwertreihe auf Ausreißer überprüft. Dabei wird die Prüfgröße C wie folgt ermittelt:

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

Legende:

C	Prüfgröße nach Cochran
p	Anzahl der Laboratorien
s_i	Standardabweichung der einzelnen Laboratorien
s_{\max}	maximale Standardabweichung der einzelnen Zellen je Merkmalsniveau

Die Prüfgröße wird mit den Grenzwerten für 1% und 5% Signifikanzniveau verglichen. Überschreitet die Prüfgröße den Grenzwert von 1%, so handelt es sich um einen statistischen Ausreißer, der für die weitere Berechnung nicht mehr verwendet wird. Wird die 5% Grenze überschritten, aber ist die Prüfgröße kleiner als der Grenzwert des 1% Signifikanzniveaus, wird dieser Wert als Fastausreißer bezeichnet und für die weitere Berechnung beibehalten.

4.4.1.2 Grubbs-Test

Neben dem Cochran-Test wird auf die Mittelwerte der einzelnen Laboratorien der Grubbs-Test angewendet. Bei diesem Test wird überprüft, ob der größte bzw. kleinste Wert einer Messreihe ein Ausreißer bzw. Fastausreißer ist. Dabei werden die Mittelwerte aufsteigend sortiert. Der Grubbs-Test wird auf den größten bzw. kleinsten Mittelwert angewendet. Für die Überprüfung des größten Mittelwertes wird die Prüfgröße G_p wie folgt berechnet:

$$G_p = \frac{(x_p - \bar{x})}{s}$$

$$\bar{x} = \frac{1}{p} \sum_{i=1}^p x_i$$

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

Für die Überprüfung des kleinsten Mittelwertes auf einen möglichen Ausreißer wird die Prüfgröße G_1 wie folgt berechnet:

$$G_1 = \frac{(\bar{x} - x_1)}{s}$$

Legende:

- G_p Prüfgröße nach Grubbs für den größten arithmetischen Mittelwert
- G_1 Prüfgröße nach Grubbs für den kleinsten arithmetischen Mittelwert
- p Anzahl der Laboratorien
- s Standardabweichung
- x_i Arithmetischer Mittelwert eines Laboratoriums
- x_p maximaler arithmetischer Mittelwert
- x_1 kleinster arithmetischer Mittelwert
- \bar{x} arithmetischer Gesamtmittelwert über alle Mittelwerte

Die Prüfgröße G_p und die Prüfgröße G_1 werden mit den kritischen Werten für die Grenzen des Signifikanzniveaus von 1% und von 5% verglichen. Sind die errechneten Prüfgrößen größer als der kritische Grenzwert von 1% des Signifikanzniveaus, handelt es sich bei dem größten bzw. bei dem kleinsten Wert dieser Prüfreihe um einen Ausreißer. Wird der Grenzwert von 5% des Signifikanzniveaus überschritten, aber ist die Prüfgröße kleiner als der Grenzwert für 1% des Signifikanzniveaus handelt es sich um einen Fastausreißer.

Der Grubbs-Test kann auch auf die beiden größten bzw. die beiden kleinsten Mittelwerte einer Messwertreihe angewendet werden. Dabei wird überprüft ob es sich bei diesen Messwerten um Ausreißer bzw. Fastausreißer handelt. Für die beiden größten Mittelwerte wird die Prüfgröße G wie folgt berechnet:

$$G = \frac{s_{p-1,p}^2}{s_0^2}$$

$$\text{mit } s_0^2 = \sum_{i=1}^p (x_i - \bar{x})^2$$

$$\text{und } s_{p-1,p}^2 = \sum_{i=1}^{p-2} (x_i - \bar{x}_{p-1,p})^2$$

$$\text{und } \bar{x}_{p-1,p} = \frac{1}{p-2} \sum_{i=1}^{p-2} x_i$$

VA 005

Entwurf Verfahrensweisung
Messunsicherheit

Ausgabe 1

Seite 17 von 22

Für die beiden kleinsten Mittelwerte wird die Prüfgröße G_2 wie folgt berechnet:

$$G_2 = \frac{s_{1,2}^2}{s_0^2}$$

$$\text{mit } s_{1,2}^2 = \sum_{i=3}^p (x_i - \bar{x}_{1,2})^2$$

$$\text{und } \bar{x}_{1,2} = \frac{1}{p-2} \sum_{i=3}^p x_i$$

Legende:

G	Prüfgröße nach Grubbs für die beiden größten arithmetischen Mittelwerte
G_2	Prüfgröße nach Grubbs für die beiden kleinsten arithmetischen Mittelwerte
p	Anzahl der Laboratorien je Merkmalsniveau
s_0^2	Varianz über die arithmetischen Mittelwerte
$s_{p-1,p}^2$	Varianz der arithmetischen Mittelwerte ohne Berücksichtigung der beiden größten Mittelwerte
$s_{1,2}^2$	Varianz über die arithmetischen Mittelwerte ohne Berücksichtigung der beiden kleinsten Mittelwerte
x_i	Arithmetischer Mittelwert eines Laboratoriums
\bar{x}	arithmetischer Gesamtmittelwert über alle Mittelwerte
$\bar{x}_{p-1,p}$	Mittelwert über die Mittelwerte der Laboratorien ohne die beiden größten Mittelwerte
$\bar{x}_{1,2}$	arithmetischer Mittelwert über die Mittelwerte der Laboratorien ohne die beiden kleinsten Mittelwerte

Sind die errechneten Prüfgrößen kleiner als der kritische Grenzwert von 1% des Signifikanzniveaus, so handelt es sich bei den beiden größten bzw. bei den beiden kleinsten Mittelwerten um Ausreißer. Ist die Prüfgröße jedoch kleiner als der Grenzwert des 5% Signifikanzniveaus aber größer als der Grenzwert für 1% des Signifikanzniveaus, handelt es bei den beiden größten bzw. bei den beiden kleinsten Mittelwerten um Fastausreißer.

4.4.2 Ermittlung der Vergleichsvarianz

Nach erfolgter Ausreißerüberprüfung erfolgt die Ermittlung der Vergleichvarianz. Diese ermittelt sich wie folgt: Zuerst wird der Gesamtmittelwert \bar{y} berechnet. Anschließend die Wiederholvarianz und die Varianz zwischen den Laboratorien.

Für den Gesamtmittelwert gilt:

$$\bar{y} = \frac{\sum_{i=1}^p n_i \bar{y}_i}{\sum_{i=1}^p n_i}$$

Für die Wiederholvarianz s_r^2 gilt:

$$s_r^2 = \frac{\sum_{i=1}^p (n_i - 1) \cdot s_i^2}{\sum_{i=1}^p (n_i - 1)}$$

Für die Varianz zwischen den Labors s_L^2 gilt:

$$s_L^2 = \frac{s_d^2 - s_r^2}{n_i}$$

Dabei ist:

$$s_d^2 = \frac{1}{p-1} \left[\sum_{i=1}^p n_i (\bar{y}_i)^2 - (\bar{y})^2 \cdot \sum_{i=1}^p n_i \right]$$

und

$$\bar{n} = \frac{1}{p-1} \left[\sum_{i=1}^p n_i - \frac{\sum_{i=1}^p n_i^2}{\sum_{i=1}^p n_i} \right]$$

Für die Vergleichvarianz s_R^2 gilt:

$$s_R^2 = s_r^2 + s_L^2$$

Legende:

\bar{y}	Gesamtmittelwert
n_i	Anzahl der Ermittlungsergebnisse je Labor
\bar{n}	Mittelwert über die Anzahl der Ermittlungsergebnisse
p	Anzahl der Laboratorien
s_d^2	Varianz
s_i^2	Varianz innerhalb eines Labors

VA 005	Entwurf Verfahrensweisung Messunsicherheit	Ausgabe 1
		Seite 19 von 22

- s_r^2 Wiederholvarianz s
 s_R^2 Vergleichvarianz
 \bar{y}_i arithmetischer Mittelwert je Labor

4.4.3 Bestimmung der Messunsicherheit

Ist die Wiederholstandardabweichung des Labors ungefähr gleich der Wiederholstandardabweichung des Ringversuchs, kann die berechnete Vergleichvarianz unter Punkt 4.4.2 für die Berechnung der Messunsicherheit herangezogen werden. Die Messunsicherheit ermittelt sich dann wie folgt:

$$u = \sqrt{s_R^2}$$

VA 005	Entwurf Verfahrensweisung Messunsicherheit	Ausgabe 1
		Seite 20 von 22

5. Dokumentenlenkung

ISTU-Labor-intern festzulegen

Tabelle 2: Dokumentenlenkung

Lfd. Nr.	Dokument	Erstellt, Änderung	Geprüft, Freigabe	Verteiler	Ablage Original		Archivierung/Jahre
					Papier	EDV	
1							
2							
3							
4							
5							

6. Mitgeltende QM-Dokumente

Qualitätsmanagementhandbuch

ISTU-Labor-intern festzulegen

7. Anlagen

ISTU-Labor-intern festzulegen

Anlage 1:

VA 005

Entwurf Verfahrensweisung
Messunsicherheit

Ausgabe 1

Seite 21 von 22

Tabelle 3: Grenzwerte für den Cochran-Test

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
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 Labors zu einem gegebenen Merkmalsniveau
n = Anzahl der Ermittlungsergebnisse je Zelle (siehe 7.3.3.3)

VA 005

Entwurf Verfahrensweisung
Messunsicherheit

Ausgabe 1

Seite 22 von 22

Tabelle 4: Grenzwerte für den Cochran-Test

p	Einzelner größter oder einzelner kleinster Wert		Zwei größte oder zwei kleinste Werte	
	oben 1 %	oben 5 %	unten 1 %	unten 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
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
40	3,381	3,036	0,586 2	0,644 5

Wiedergegeben mit Erlaubnis der American Statistical Association nach [4] im Anhang C.
 p = Anzahl der Labors zu einem gegebenen Merkmalsniveau