E DIN 38402-51:2014-05 (D)

Erscheinungsdatum: 2014-04-04

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser und Schlammuntersuchung - Allgemeine Angaben (Gruppe A) - Teil 51: Kalibrierung von Analysenverfahren - Lineare Kalibrierfunktion (A 51)

Inhalt

Seite

Vorwort 4

Einleitung 6

1 Anwendungsbereich 7

2 Normative Verweisungen 7

3 Begriffe 7

4 Formelzeichen 8

5 Bezeichnung 10

6 Ermittlung des linearen Messbereichs und Festlegung des Kalibrierbereichs 10
6.1 Allgemeines 10
6.2 Vorläufige Wahl des Arbeitsbereiches 10
6.3 Abschätzung des linearen Arbeitsbereiches 10
6.3.1 Visuelle Prüfung der Messdaten 11
6.3.2 Abschätzung des linearen Bereiches durch Ermittlung der Punkt-zu-Punkt-Steigung 11
6.3.3 Absicherung des linearen Bereiches durch Mandel-Test und Bestimmtheitsmaß 11

7 Kalibrierstrategien 12
7.1 Allgemeines 12
7.2 Berechnung der Kalibrierfunktion 15
7.3 Kalibrierung des Messverfahrens mit externem Standard, mit Bestimmung der Wiederfindungsrate der Analyten 16
7.3.1 Allgemeines 16
7.3.2 Erstellung der Kalibrierfunktion 16
7.3.3 Bestimmung der Wiederfindungsraten 16
7.3.4 Ergebnisberechnung 17
7.4 Kalibrierung des Messverfahrens mit internen Standards, mit Bestimmung der Wiederfindungsrate der internen Standards 17
7.4.1 Allgemeines 17
7.4.2 Erstellung der Kalibrierfunktion 18
7.4.3 Bestimmung der Wiederfindung 18
7.4.4 Ergebnisberechnung 18
7.5 Kalibrierung des Gesamtverfahrens mit externem Standard 19
7.5.1 Allgemeines 19
7.5.2 Erstellung der Kalibrierfunktion 19
7.5.3 Ergebnisberechnung 19
7.6 Kalibrierung des Gesamtverfahrens mit internem Standard 20
7.6.1 Allgemeines 20
7.6.2 Erstellung der Kalibrierfunktion 20
7.6.3 Ergebnisberechnung 20
7.7 Standardaddition 21
7.7.1 Allgemeines 21
7.7.2 Durchführung 21
7.7.3 Ergebnisberechnung 22

8 Strategien zur Prüfung der Gültigkeit der Kalibrierung 23
8.1 Allgemeines 23
8.2 Prüfung mittels Kontrolllösung bzw. Kontrollprobe 23
8.3 Prüfung der Steigung der Kalibriergerade 23

Anhang A (normativ) Anpassungstest nach Mandel, Verfahrensstandardabweichung und Verfahrensvariationskoeffizient 24
A.1 Anpassungstest nach Mandel 24
A.2 Verfahrensstandardabweichung und Verfahrensvariationskoeffizient 25
A.2.1 Allgemeines 25
A.2.2 Verfahrensstandardabweichung 25
A.2.3 Verfahrensvariationskoeffizent 25

Anhang B (informativ) Beispiele Linearitätstest 26
B.1 Beispiel 1: Bestimmung von Nitrit nach DIN EN ISO 13395 und Ammonium nach DIN EN ISO 11732 mittels Fließanalytik 26
B.2 Beispiel 2a und 2b: Simultan-Bestimmung von Kupfer (327 nm) und Blei (220 nm) mittels ICP-OES nach DIN EN ISO 11885 28
B.3 Beispiel 3a und 3b: Bestimmung von Desisopropylatrazin und Carbamazepin mittels LC-MS/MS 31

Anhang C (informativ) Gewichtete Regression – Wichtung 1/x 34

Literaturhinweise 36