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**