

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 Analyseverfahren - 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 Verfahrensvariationskoeffizient	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