

E DIN ISO 11352:2024-09 (D/E)

Erscheinungsdatum: 2024-08-02

Wasserbeschaffenheit - Abschätzung der Messunsicherheit beruhend auf Validierungs- und Kontrolldaten (ISO/DIS 11352:2024); Text Deutsch und Englisch

Water quality - Estimation of measurement uncertainty based on validation and quality control data (ISO/DIS 11352:2024); Text in German and English

Inhalt	Seite
Nationales Vorwort	5
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	7
Vorwort	8
Einleitung	10
1 Anwendungsbereich.....	11
2 Normative Verweisungen	11
3 Begriffe	11
4 Symbole	14
5 Grundlage des Verfahrens	15
6 Durchführung	16
7 Vorbereitende Betrachtungen für die Schätzung der Messunsicherheit.....	16
7.1 Spezifikation der Messung	16
7.2 Spezifikation der parametrischen Form, in der die Messunsicherheit angegeben wird	16
8 Auswertung verfügbarer Präzisions- und Biasdaten.....	17
8.1 Ansatz und Kriterien	17
8.2 Reproduzierbarkeit innerhalb des Labors	18
8.2.1 Allgemeines.....	18
8.2.2 Kontrollproben, die den gesamten Analysenprozess abdecken.....	19
8.2.3 Verwenden von Standardlösungen und Wiederholmessungen von Prüfproben	19
8.2.4 Instabile Kontrollproben	20
8.3 Bias.....	21
8.3.1 Allgemeines.....	21
8.3.2 Analyse geeigneter Referenzmaterialien	21
8.3.3 Teilnahme an Ringversuchen.....	23
8.3.4 Wiederfindungsexperimente	24
9 Berechnung der kombinierten Standardunsicherheit.....	27
10 Berechnung der erweiterten Unsicherheit.....	27
11 Abschätzung der Messunsicherheit aus der Vergleichstandardabweichung	27
12 Unsicherheitsangabe.....	28
Anhang A (informativ) Aufteilung des Messbereichs in zwei Teile — konstante absolute und konstante relative Unsicherheiten	29
A.1 Einführung.....	29
A.2 Bestimmung des vorläufigen Übergangspunkts	30
A.2.1 Aus der Standardabweichung bei niedrigen und hohen Konzentrationen	30
A.2.2 Aus Vergleichstandardabweichung von Eignungsprüfungsringversuchen	31
A.2.3 Aus Spannweiten von Mehrfachmessungen	31

A.3	Beispiele.....	31
A.3.1	Beispiel mit Daten aus Standardabweichungen bei niedrigen und hohen Konzentrationen.....	31
A.3.2	Beispiel mit Daten aus Vergleichstandardabweichungen in Eignungsprüfungs-Ringversuchen.....	32
A.3.3	Beispiel mit Daten aus Spannweiten von Mehrfachmessungen.....	34
A.4	Berechnung des endgültigen Übergangspunkts	34
Anhang B (normativ) Schätzung der gepoolten Standardabweichung aus Mehrfachbestimmungen.....		36
Anhang C (informativ) Beispiele für die Abschätzung der Messunsicherheit		38
C.1	Beispiel 1 — Schätzung der Messunsicherheit unter Nutzung von Referenzmaterialien	38
C.1.1	Herkunft der Qualitätskontrolldaten	38
C.1.2	Berechnung der Unsicherheitskomponente für die Reproduzierbarkeit innerhalb des Labors	38
C.1.3	Berechnung der aus dem Bias resultierenden Unsicherheitskomponente	39
C.1.4	Berechnung der relativen, kombinierten Unsicherheit, $u_{c,rel}$	40
C.1.5	Berechnung der relativen, erweiterten Unsicherheit, U_{rel}	40
C.2	Beispiel 2 –Schätzung der Messunsicherheit auf der Basis von Ringversuchsdaten	40
C.2.1	Herkunft der Qualitätskontrolldaten	40
C.2.2	Berechnung der Unsicherheitskomponente für die Reproduzierbarkeit innerhalb des Labors	41
C.2.3	Berechnung der aus dem Bias resultierenden Unsicherheit	41
C.2.4	Berechnung der relativen, kombinierten Unsicherheit, $u_{c,rel}$	42
C.2.5	Berechnung der relativen, erweiterten Unsicherheit, U_{rel}	42
C.3	Beispiel 3 — Schätzung der Messunsicherheit unter Nutzung einer Standardlösung als Qualitätskontrollprobe und Wiederfindungsexperimenten	42
C.3.1	Herkunft der Qualitätskontrolldaten	42
C.3.2	Berechnung der Unsicherheitskomponente für die Reproduzierbarkeit innerhalb des Labors	43
C.3.3	Berechnung der aus dem Bias resultierenden Unsicherheitskomponente	45
C.3.4	Berechnung der relative kombinierten Unsicherheit, $u_{c,rel}$	49
C.3.5	Berechnung der relativen, erweiterten Unsicherheit, U_{rel}	49
C.4	Beispiel 4 — Schätzung der Messunsicherheit anhand von Daten aus einer Akzeptanzregelkarte und Wiederfindungsexperimenten.....	49
C.4.1	Reproduzierbarkeit innerhalb des Labors aus der Akzeptanzregelkarte.....	49
C.4.2	Bias aus der Wiederfindung	50
C.4.3	Berechnung der relativen kombinierten Unsicherheit, $u_{c,rel}$	50
C.4.4	Berechnung der relativen erweiterten Unsicherheit, U_{rel}	50
C.5	Beispiel 5 — Schätzung der Messunsicherheit anhand von Daten aus Zielwertregelkarten und Wiederfindungsexperimenten	51
C.5.1	Reproduzierbarkeit innerhalb eines Labors anhand von Zielwertregelkarten	51
C.5.2	Bias aus der Wiederfindung	51
C.5.3	Berechnung der relativen kombinierten Unsicherheit, $u_{c,rel}$	52
C.5.4	Berechnung der relativen erweiterten Unsicherheit, U_{rel}	52
Literaturhinweise.....		53

Bilder

Bild 1	— Schema des Verfahrens für die Schätzung der Messunsicherheit (einschließlich Verweisen auf die entsprechenden Abschnitte und Unterabschnitte dieser Internationalen Norm)	17
--------	---	----

Bild A.1	— Beziehung zwischen absoluter Messunsicherheit und Konzentration für viele instrumentelle analytische Techniken (aus [2]).....	29
----------	---	----

Bild A.2 — Beziehung zwischen (a) absoluter Unsicherheit, (b) relative Messunsicherheit und Konzentration und (c) Messbereich	30
Bild A.3 — Geschätzte Konzentrationsabhängigkeit der absoluten und der relative Standardabweichung für Sb-Standardlösungen, gemessen unter Bedingung der Reproduzierbarkeit innerhalb des Labors mit achsialer ICP-OES.....	32
Bild A.4 — Relative Vergleichstandardabweichung in verschiedenen Eignungsprüfungsringversuchen für die Bestimmung von Quecksilber in Abwasser mittels Kaltdampf-Atomspektrometrie (CV-AAS).....	33
Bild A.5 — Vergleichstandardabweichung in verschiedenen Eignungsprüfungsringversuchen für die Bestimmung von Quecksilber in Abwasser mittels Kaltdampf-Atomspektrometrie (CV-AAS).....	33
Bild A.6 — Relative Spannweiten von Doppelbestimmungen bei der Bestimmung von Gesamtstickstoff in Abwasser.....	34
Bild A.7 — Absolute Spannweiten von Doppelbestimmungen bei der Bestimmung von Gesamtstickstoff in Abwasser.....	34

Tabellen

Tabelle C.1 — Ergebnisse der Analysen der Qualitätskontrollprobe	38
Tabelle C.2 — Ergebnisse aus Eignungsprüfungsringversuchen.....	40
Tabelle C.3 — Ergebnisse eines stabilen Qualitätskontrollstandards, zugewiesener Wert: $\rho = 0,50 \mu\text{g/ml}$	43
Tabelle C.4 — Ergebnisse aus der Spannweitenregelkarte.....	44
Tabelle C.5 — Ergebnisse aus 20 Wiederfindungsexperimenten und die Berechnung des Bias aus der mittleren Wiederfindung, η	45
Tabelle C.6 — Standardabweichung des zugegebenen Volumens	48
Tabelle C.7 — Wiederfindungen und relativer Bias von aufgestockten Proben	50
Tabelle C.8 — Wiederfindungen und relativer Bias von aufgestockten Proben	52