

DIN 38402-51:2015-09 (D)

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	9
5 Bezeichnung	11
6 Ermittlung des linearen Messbereichs und Festlegung des Kalibrierbereichs.....	11
6.1 Allgemeines	11
6.2 Vorläufige Wahl des Arbeitsbereichs.....	11
6.3 Abschätzung des linearen Arbeitsbereichs	11
6.3.1 Visuelle Prüfung der Messdaten.....	12
6.3.2 Abschätzung des linearen Bereichs durch Ermittlung der Punkt-zu-Punkt-Steigung	12
7 Kalibrierstrategien.....	13
7.1 Allgemeines	13
7.2 Berechnung der Kalibrierfunktion.....	16
7.3 Kalibrierung des Messverfahrens mit externem Standard, mit Bestimmung der Wiederfindungsrate des Analyten	17
7.3.1 Allgemeines	17
7.3.2 Erstellung der Kalibrierfunktion	17
7.3.3 Bestimmung der Wiederfindungsrate	17
7.3.4 Ergebnisberechnung.....	18
7.4 Kalibrierung des Messverfahrens mit internem Standard, mit Bestimmung der Wiederfindungsrate des internen Standards	18
7.4.1 Allgemeines	18
7.4.2 Erstellung der Kalibrierfunktion	19
7.4.3 Bestimmung der Wiederfindung.....	19
7.4.4 Ergebnisberechnung.....	19
7.5 Kalibrierung des Gesamtverfahrens mit externem Standard	20
7.5.1 Allgemeines	20
7.5.2 Erstellung der Kalibrierfunktion	20
7.5.3 Ergebnisberechnung.....	21
7.6 Kalibrierung des Gesamtverfahrens mit internem Standard	21
7.6.1 Allgemeines	21
7.6.2 Erstellung der Kalibrierfunktion	21
7.6.3 Ergebnisberechnung.....	22
7.7 Standardaddition	22
7.7.1 Allgemeines	22
7.7.2 Durchführung.....	22
7.7.3 Ergebnisberechnung.....	23
8 Strategien zur Prüfung der Gültigkeit der Kalibrierung	24
8.1 Allgemeines	24
8.2 Prüfung mittels Kontrolllösung bzw. Kontrollprobe.....	24
8.3 Prüfung der Steigung der Kalibriergeraden	24

Anhang A (informativ) Anpassungstest nach Mandel, Verfahrensstandardabweichung, Verfahrensvariationskoeffizient und Vertrauensbereich.....	25
A.1 Allgemeines.....	25
A.2 Anpassungstest nach Mandel.....	25
A.3 Verfahrensstandardabweichung, Verfahrensvariationskoeffizient und Vertrauensbereich.....	26
A.3.1 Voraussetzungen.....	26
A.3.2 Verfahrensstandardabweichung.....	27
A.3.3 Verfahrensvariationskoeffizient.....	27
A.3.4 Vertrauensbereich.....	27
Anhang B (informativ) Beispiele Linearitätstest.....	28
B.1 Beispiel 1a und 1b: Bestimmung von Nitrit nach DIN EN ISO 13395 und Ammonium nach DIN EN ISO 11732 mittels Fließanalytik.....	28
B.2 Beispiel 2a und 2b: Simultan-Bestimmung von Kupfer (327 nm) und Blei (220 nm) mittels ICP-OES nach DIN EN ISO 11885.....	32
B.3 Beispiel 3a und 3b: Bestimmung von Desisopropylatrazin und Carbamazepin mittels LC-MS/MS.....	36
Anhang C (informativ) Prüfung des linearen Arbeitsbereichs mithilfe des empirischen Krümmungstests.....	40
C.1 Allgemeines.....	40
C.2 Durchführung.....	41
C.3 Beispiele.....	42
C.3.1 Beispiel 1: Kalibrierung der Bleibestimmung mit ICP-OES.....	42
C.3.2 Beispiel 2: Kalibrierung der Chlorid-Bestimmung mit Ionenchromatographie.....	44
C.3.3 Beispiel 3: Kalibrierung der photometrischen Eisen-Bestimmung.....	46
Anhang D (informativ) Gewichtete Regression – Wichtung $1/x$.....	48
Literaturhinweise.....	50