

DIN 38402-51:2017-05 (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.....	42
C.3	Beispiele.....	43
C.3.1	Beispiel 1: Kalibrierung der Bleibestimmung mit ICP-OES.....	43
C.3.2	Beispiel 2: Kalibrierung der Chlorid-Bestimmung mit Ionenchromatographie.....	45
C.3.3	Beispiel 3: Kalibrierung der photometrischen Eisen-Bestimmung.....	47
Anhang D (informativ) Gewichtete Regression – Wichtung $1/x$.....		
		49
Literaturhinweise.....		
		51