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 Mesunsicherheit ... 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: ρ = 0,50 µg/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