DIN 38402-51:2017-05 (D)

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Allgemeine Angaben (Gruppe A) - Teil 51: Kalibrierung von Analysenverfahren - 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 Verfahrensvariationskoeffizent 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