DIN 38402-60:2026-09 (D)

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Allgemeine Angaben (Gruppe A) - Teil 60: Analytische Qualitätssicherung für die chemische und physikalisch-chemische Wasseruntersuchung (A 60)

Inhalt

Seite

Vorwort 5

Einleitung 7

1 Anwendungsbereich 8

2 Normative Verweisungen 8

3 Begriffe 8

4 Symbole und Abkürzungen 13

5 Bezeichnung 15

6 Validierung 15
6.1 Einleitung 15
6.2 Phasen der Validierung 15
6.2.1 Primäre Validierung 15
6.2.2 Verifizierung 16
6.2.3 Qualitätssichernde Maßnahmen im Routinebetrieb 16

7 Kalibrierung 16
7.1 Einleitung 16
7.2 Strategien zur Kalibrierung 17
7.3 Kalibrierung mit externen Standards 17
7.3.1 Kalibrierung des Messverfahrens 17
7.3.2 Kalibrierung des Messverfahrens in der Matrix 17
7.3.3 Kalibrierung des Gesamtverfahrens 18
7.4 Standardaddition und Verwendung von Wiederfindungen 18
7.5 Kalibrierung unter Verwendung interner Standards 18
7.5.1 Voraussetzungen zur Verwendung interner Standards 18
7.5.2 Verwendung bei ICP-OES und ICP-MS 19
7.5.3 Verwendung bei GC-MS- und LC-MS-Techniken 19

8 Messunsicherheit, Richtigkeit und Präzision 21
8.1 Messunsicherheit 21
8.2 Richtigkeit 21
8.3 Präzision 21

9 Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenzen und deren Verifizierung 22
9.1 Einleitung 22
9.2 Nachweisgrenze 22
9.2.1 Allgemeines 22
9.2.2 Nachweisgrenze aus der Standardabweichung der Ergebnisse von Blindproben 23
9.2.3 Nachweisgrenze aus der Verfahrensstandardabweichung 23
9.2.4 Nachweisgrenze aus dem Basislinienrauschen 24
9.3 Erfassungsgrenze 24
9.4 Bestimmungsgrenze 24
9.5 Verifizierung der Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze 24
9.5.1 Verifizierung der Nachweis- und Erfassungsgrenze 24
9.5.2 Verifizierung der Bestimmungsgrenze 25

10 Laborinterne Qualitätssicherung mittels Qualitätsregelkarten ... 26
10.1 Klassifizierung von Regelkarten ... 26
10.2 Regelkarten auf der Basis statistischer Kenngrößen ... 28
10.2.1 Allgemeines ... 28
10.2.2 Mittelwert-Regelkarten ... 28
10.2.3 Blindwert-Regelkarten ... 30
10.2.4 Wiederfindungs-Regelkarten ... 30
10.2.5 Spannweiten-Regelkarten ... 30
10.3 Akzeptanzkarten ... 32
10.3.1 Allgemeines ... 32
10.3.2 Außer-Kontroll-Situation ... 33
10.4 Maßnahmen bei Außer-Kontroll-Situationen ... 33

11 Plausibilitätskontrolle ... 34

12 Rückführung ... 35
12.1 Allgemeines ... 35
12.2 Prüfmittelüberwachung ... 35
12.3 Verwendung von Referenzmaterialien und Standards ... 35

13 Ringversuche ... 35
13.1 Einleitung ... 35
13.2 Validierungsringversuche ... 36
13.3 Eignungsprüfungen ... 36
13.4 Laborvergleichsuntersuchungen ... 36

Anhang A (informativ) Verifizierung der Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze ... 37
A.1 Beispiel für die Verifizierung der Nachweis- und Erfassungsgrenze ... 37
A.2 Beispiel für die Verifizierung der Bestimmungsgrenze mit Hilfe des verkürzten Verfahrens zur Abschätzung der Messunsicherheit an der Bestimmungsgrenze ... 37
A.2.1 Ermittlung der Messunsicherheit an der Bestimmungsgrenze ... 37
A.2.2 Verifizierung für Phosphor mittels ICP-MS ... 39
A.2.3 Verifizierung für Trifluoressigsäure (TFA) mittels LC-MS/MS ... 40
A.3 Beispiel für die Verifizierung der Bestimmungsgrenze unter Nutzung von Regelkarten (Akzeptanzkarten) zur Abschätzung der Messunsicherheit an der Bestimmungsgrenze ... 40
A.3.1 Ermittlung der Messunsicherheit an der Bestimmungsgrenze ... 40
A.3.2 Verifizierung für Benzen in Wasser mit HS-GC-MS (Verfahren mittels GC-MS nach statischer Headspacetechnik) ... 42

Anhang B (informativ) Beispiele zur Plausibilitätskontrolle ... 44

Anhang C (informativ) Überwachungsfristen für Prüfmittel ... 46

Literaturhinweise ... 47

Tabellen

Tabelle 1 — Regelkartentypen und ihre Anwendung ... 27

Tabelle 2 — *D*-Faktoren ... 32

Tabelle A.1 — Beispiel für die Verifizierung der Nachweis- und Erfassungsgrenze ... 37

Tabelle A.2 — Verifizierung für Phosphor mittels ICP-MS ... 39

Tabelle A.3 — Verifizierung für Trifluoressigsäure (TFA) mittels LC-MS/MS ... 40

Tabelle A.4 — Verifizierung für Benzen in Wasser mit HS-GC-MS (Verfahren mittels GC-MS nach statischer Headspacetechnik) ... 42

Tabelle C.1 — Überwachungsfristen für Prüfmittel ... 46