

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser und Schlammuntersuchung

Allgemeine Angaben (Gruppe A)

Kalibrierung von Analyseverfahren, Auswertung von Analyseergebnissen und lineare Kalibrierfunktionen für die Bestimmung von Verfahrenskenngrößen (A 51)

DIN
38 402
Teil 51

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge; general information (group A); calibration of analytical methods, evaluation of analytical results and linear calibration functions for the determination of performance characteristics (A 51)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des boues; informations générales (groupe A); étalonnage des méthodes d'analyse, évaluation des résultats d'analyse et fonctions d'étalonnage linéaires pour la détermination des caractéristiques de performance (A 51)

Diese Norm wurde gemeinsam mit der Fachgruppe Wasserchemie in der Gesellschaft Deutscher Chemiker aufgestellt (siehe Erläuterungen).

Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

1 Anwendungsbereich

In dieser Norm werden die einzelnen Schritte zur Ermittlung von statistischen Kenngrößen für die Kalibrierung von Analyseverfahren und die Auswertung von Analyseergebnissen beschrieben.

2 Zweck

Die Kalibrierung von Analyseverfahren und die Auswertung von Analyseergebnissen müssen nach einheitlichen Grundsätzen erfolgen, um Analyseergebnisse sowie verschiedene Analyseverfahren untereinander vergleichen zu können und um eine laborinterne Qualitätssicherung zu ermöglichen.

3 Begriffe

3.1 Analyseverfahren

Ein Analyseverfahren besteht aus einer Arbeits-, einer Meß-, einer Kalibrier- und einer Auswerteanweisung.

Während die Arbeits- und Meßanweisung verfahrensspezifisch und somit Gegenstand der jeweiligen Verfahrensnormung sind, gelten die Kalibrier- und die Auswerteanweisung gleichermaßen für jedes kalibrierfähige Analyseverfahren.

Fortsetzung Seite 2 bis 16

Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

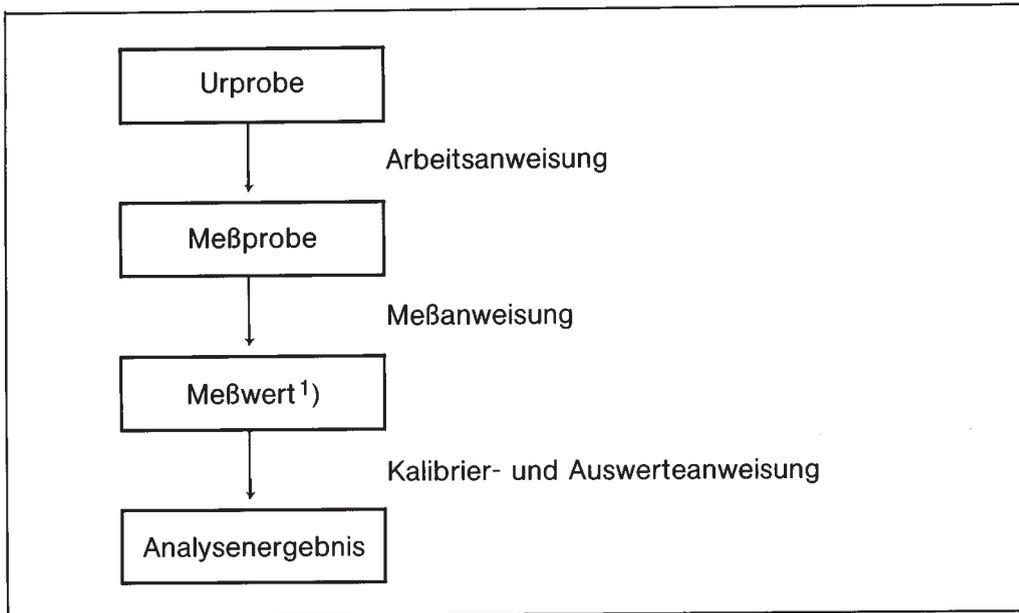


Bild 1. Das Analysenverfahren

3.2 Kalibrieranweisung

In einer Kalibrieranweisung ist die Vorgehensweise beschrieben, nach der aus vorgegebenen Standardkonzentrationen (x_i) und Meßwerten (y_i) die Kalibrierfunktion [1] bestimmt wird. Als Verfahrenskenngrößen resultieren dabei die Steigung der Kalibrierfunktion (b) als Maß für die Empfindlichkeit und die aus ihr und dem Präzisionsmaß (s_y) abgeleitete Verfahrensstandardabweichung (s_{x0}) als Maß für die Leistungsfähigkeit des Analysenverfahrens.

3.3 Auswerteanweisung

Die Auswerteanweisung ist eine Rechenanleitung, nach der Meßwerte über die Kalibrierfunktion in Konzentrationen umgerechnet werden. Außerdem liefert sie durch Angabe des Vertrauensbereichs eine objektive Aussage über die Präzision des Analysenergebnisses [2].

3.4 Meßwerte

Als Meßwerte werden die konzentrationsabhängigen Ausgangsdaten (z. B. Extinktion) eines Meßsystems bezeichnet.

3.5 Reststandardabweichung (s_y)

Die Reststandardabweichung ist die Standardabweichung der Differenzen von Meßwerten und Werten der zugehörigen Kalibrierkurve. Sie ist ein Präzisionsmaß für die Kalibrierung.

1) Die in der Literatur häufig benutzten Begriffe Informationswert oder Meßsignal sind diesem synonym.

3.6 Verfahrensstandardabweichung (s_{x_0})

Die Verfahrensstandardabweichung (s_{x_0}) ist der Quotient aus Reststandardabweichung (s_y) und Steigung der Kalibrierfunktion (b). Sie stellt ein Maß für die Leistungsfähigkeit des Analysenverfahrens in dem betrachteten Arbeitsbereich dar (siehe Gleichung 14).

3.7 Relative Verfahrensstandardabweichung (V_{x_0})

Als relative Verfahrensstandardabweichung (V_{x_0}) wird die Verfahrensstandardabweichung (s_{x_0}), bezogen auf die Arbeitsbereichsmittle (\bar{x}) bezeichnet.

3.8 Arbeitsbereich

Der Arbeitsbereich eines Analysenverfahrens ist definiert als das durch eine Kalibrierung festgelegte Intervall zwischen niedrigster und höchster Massen- oder Stoffmengenkonzentration. Die niedrigstmögliche untere Grenze eines Arbeitsbereiches ist die Bestimmungsgrenze eines Analysenverfahrens.

3.9 Varianzhomogenität

Varianzhomogenität im Arbeitsbereich besteht dann, wenn die Wiederholstandardabweichung (von Mehrfachanalysen) unabhängig vom Gehalt der analysierten Probe, d. h. konstant innerhalb des Arbeitsbereiches, ist.

3.10 Steigung der Kalibrierfunktion (b)

Das Maß für die Empfindlichkeit eines Analysenverfahrens ist die Steigung der Kalibriergeraden des gesamten Analysenverfahrens (einschließlich aller vorbereitenden Verfahrensschritte) in dem betrachteten Arbeitsbereich.

3.11 Meßprobe

Eine Meßprobe (Reaktionsprobe) ist diejenige Probe, deren Gehalt an einem zu bestimmenden Stoff unmittelbar gemessen werden kann. Eine Meßprobe wird aus der Analysenprobe (Urprobe) gewöhnlich durch Zusatz einer Reihe von Reagenzien und/oder durch Anwendung eines physikalischen oder chemischen Aufbereitungsverfahrens erhalten. Meßprobe und Analysenprobe sind dann identisch, wenn keine Reagenzien zur Analysenprobe zugegeben werden. Die Meßprobe hat demnach alle Verfahrensschritte des Analysenverfahrens bis auf die Messung durchlaufen.

4 Formelzeichen

- x_i Konzentration der i -ten Standardprobe
- i laufende Nummer der Konzentrationsstufen (1, 2, ..., N)
- N Anzahl der gewählten Konzentrationsstufen (hier beispielhaft $N = 10$ vorgegeben)
- x_1 Konzentration der Standardprobe an der unteren Grenze des Arbeitsbereichs (1. Standardprobe)
- x_N Konzentration der Standardprobe an der oberen Grenze des Arbeitsbereichs (N . Standardprobe)