

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung

Allgemeine Angaben (Gruppe A)

Ringversuche, Planung und Organisation (A 41)

DIN
38 402
Teil 41

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge; general informations (group A); interlaboratory trials in water analysis; planning and organization (A 41)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des boues; informations générales (groupe A); essais interlaboratoires, conception et organisation (A 41)

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

Die Normen DIN 38 402 Teil 41 und Teil 42 entstanden in weitgehender Anlehnung an DIN ISO 5725, berücksichtigen darüber hinaus jedoch in besonderer Weise die Belange der Wasser-, Abwasser-, Schlamm- und Sedimentanalytik.

Inhalt

	Seite
1 Anwendungsbereich	2
2 Zweck	2
3 Begriff und Kurzzeichen	2
4 Allgemeine Angaben	2
5 Allgemeine Personalerfordernisse, Aufgaben und Probleme	3
5.1 Überblick	3
5.2 Aufgaben	3
5.3 Aufgaben des Fachmannes für Statistik	4
5.4 Aufgaben des Versuchsleiters	4
5.5 Aufgaben der Laborvertreter	5
5.6 Aufgaben der Bearbeiter	5
5.7 Abschließende Aufgabe der Gruppe von Fachleuten	5
6 Durchführung	5
6.1 Erforderliche Anzahl der Niveaus M , der Laboratorien L und der Parallelbestimmungen K	5
6.2 Auswahl der teilnehmenden Laboratorien	6
6.3 Zusammensetzung und Behandlung der Proben	6
6.4 Konventionell richtiger Wert	7
6.5 Organisation des Ringversuchs	7
6.6 Anweisungen an die Bearbeiter	8
6.7 Bericht über die Analysenergebnisse	8

Fortsetzung Seite 2 bis 12

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

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, gestattet.

1 Anwendungsbereich

In dieser Norm werden Zielsetzung, Planung, Organisation und praktische Durchführung von Ringversuchen beschrieben.

Diese Norm gilt gemeinsam mit DIN 38 402 Teil 42 für Ringversuche in der Wasser-, Abwasser-, Schlamm- und Sedimentanalytik.

2 Zweck

Ringversuche sind geeignet, quantitative Aussagen über die Zuverlässigkeit von Analysenverfahren zu gewinnen.

3 Begriff und Kurzzeichen

Ein Ringversuch besteht aus der Durchführung von K Parallelbestimmungen an M Proben, die an L verschiedene Laboratorien zur Analyse geschickt wurden.

Dabei bedeuten:

M Anzahl der Probenchargen bzw. Anzahl der verschiedenen Gehalte (Niveaus) der zu bestimmenden Stoffe

L Gesamtzahl der am Ringversuch teilnehmenden Laboratorien

K Anzahl der Parallelbestimmungen.

4 Allgemeine Angaben

Analysen, die an mutmaßlich identischen Proben unter mutmaßlich identischen Umständen durchgeführt werden, ergeben im allgemeinen nicht die gleichen Analysenwerte. Viele Faktoren (abgesehen von der Probenahme) können zu solchen Unterschieden zwischen Analysenwerten beitragen, z. B.

- a) die den Versuch ausführende Person (Bearbeiter),
- b) die verwendeten Instrumente und Geräte,
- c) die Kalibrierung der Geräte,
- d) die Umgebung (Temperatur, Luftfeuchtigkeit, Luftverschmutzung usw.).

Das Prinzip eines Ringversuches besteht darin, daß im Normalfall identische Proben von mehreren Laboratorien unabhängig voneinander analysiert werden.

Im besonderen Fall können auch die einzelnen Laboratorien die Proben mit eigener Matrix oder speziellen Störstoffen aufstocken, wenn zusätzliche Informationen erhalten werden sollen.

Theoretisch sollten bei einem Ringversuch alle Teilnehmer die gleichen Analysenwerte finden; aus den oben geschilderten Gründen treten aber stets mehr oder weniger große Unterschiede zwischen den Werten auf. Nicht selten kommt es bei Ringversuchen vor, daß die Analysenwerte, die von einem Laboratorium oder einigen wenigen gefunden werden, deutlich weiter entfernt vom konventionell richtigen Wert liegen als die der übrigen Laboratorien. In einem solchen Fall muß eine Entscheidung getroffen werden, ob diese Abweichungen noch toleriert werden können oder nicht. Toleriert man sie nicht, werden die betreffenden Werte als „Ausreißer“ deklariert. [1]

Die Durchführung von Wasseranalysen in verschiedenen Laboratorien zielt auf die Ermittlung numerischer Kenndaten zur Beschreibung der erreichbaren Zuverlässigkeit eines Analysenverfahrens im Routinebetrieb. Die vorliegende Norm bezieht sich ausschließlich auf Analysenverfahren, deren Ergebnisse quantitativ anfallen. Sie ist vornehmlich dazu gedacht, auf Analysenverfahren angewandt zu werden, die zuvor standardisiert oder genormt worden sind und in verschiedenen Laboratorien benutzt werden. Ein typischer Ringversuchsplan sieht wie folgt aus: Aus M Probenchargen, die M verschiedene Gehalte (Niveaus) der zu bestimmenden Stoffe repräsentieren, werden Teilproben als „Urproben“ an L verschiedene Laboratorien gesandt, die angewiesen werden, auf jedem Niveau K Parallelbestimmungen durchzuführen.

5 Allgemeine Personalerfordernisse, Aufgaben und Probleme

5.1 Überblick

Die Versuchsplanung sollte in der Hand einer Gruppe von Fachleuten liegen, die mit dem Analysenverfahren und seiner Anwendung vertraut sind. Zumindest ein Mitglied dieser Gruppe von Fachleuten sollte in der statistischen Versuchsplanung und -auswertung Erfahrung haben (Fachmann für Statistik). Die Organisation des Versuchs sollte einem einzigen Labor übertragen werden; ein Mitarbeiter dieses Labors muß als Versuchsleiter die volle Verantwortung tragen. Ein Mitarbeiter jedes der teilnehmenden Laboratorien sollte als Laborvertreter verantwortlich gemacht werden für die Organisation der Analysendurchführung in seinem Laboratorium in Einklang mit den Anweisungen des Versuchsleiters und für die Berichterstattung der Analysenergebnisse.

In jedem Labor müssen die Arbeiten von einem Bearbeiter durchgeführt werden, der repräsentativ ist für alle jene, die die Untersuchungen aller Wahrscheinlichkeit nach in normalen Situationen durchführen. Er sollte von dem Laborvertreter darüber Anweisung erhalten, mit welchen Proben und in welcher Reihenfolge die Untersuchungen durchzuführen sind. Diese Anweisungen dürfen jedoch das Analysenverfahren selbst nicht verändern.

5.2 Aufgaben

Die folgenden Fragen sind von der unter Abschnitt 5.1 genannten Gruppe zu prüfen und zu entscheiden.

- a) Gibt es eine Norm oder einen Norm-Entwurf für das Analysenverfahren?
- b) Welchen Meßbereich trifft man in der Praxis an?
- c) Wieviele unterschiedliche Niveaus sollen bei dem Ringversuch verwendet werden (siehe Abschnitt 6.1)?
- d) Welche Probenzusammensetzungen sind geeignet, diese Niveaus zu repräsentieren?
- e) Sollen an die Teilnehmer Konzentrate verschickt werden, die vor der Analyse in einem festgelegten Verhältnis zu verdünnen sind?
- f) Sollen die Ausgangsstoffe speziell homogenisiert werden, bevor die Proben präpariert werden, oder soll die Inhomogenität der Stoffe in die Kenndaten für die Zuverlässigkeit mit eingehen?

- g) Sind Konservierungsmaßnahmen der Proben für Transport und Lagerung erforderlich?
- h) Wie groß soll die Zahl K der Parallelbestimmungen sein, und welche Probenmengen sollen an die Laboratorien versandt werden (siehe Abschnitt 6.1)?
- i) Sollen jedem Laboratorium K gesonderte Proben für jedes Niveau oder soll eine Probe für K Parallelbestimmungen zugesandt werden (siehe Abschnitt 6.3)?
- j) Sollen an die Laboratorien in Sonderfällen zusätzliche Proben für Übungsanalysen gesandt werden, bevor die offiziellen Analysen durchgeführt werden (siehe Abschnitt 6.6)?
- k) Wieviele Laboratorien sollen für die Mitarbeit an den Versuchen gewonnen werden (siehe Abschnitt 6.1)?
- l) Wie sollen die Laboratorien ausgewählt werden, und welchen Anforderungen sollen sie genügen (siehe Abschnitt 6.2)?
- m) Welche Anweisungen bezüglich der Analysendurchführung sollen die Versuchsleiter erhalten, und auf bis zu wieviel signifikante Ziffern sollen die Ergebnisse angegeben werden (siehe Abschnitte 6.5 und 6.6)?
- n) Nach welchem Zeitplan sind die Proben zu analysieren (siehe Abschnitt 6.2, Fragebogen, Absatz 2, Aufzählung b)?
- o) Welche Informationen sollen zusätzlich zu den numerischen Prüfergebnissen noch angefordert werden (siehe Abschnitt 6.7 und Protokoll der Analysenergebnisse eines Laboratoriums)?
- p) Wie sind die konventionell richtigen Werte zu definieren bzw. zu ermitteln?
- q) Wie wird der Ringversuch finanziert?

5.3 Aufgaben des Fachmannes für Statistik

Dieser Fachmann berät bei der Versuchsplanung, sorgt für die Auswertung des Ringversuches und wirkt bei der abschließenden Beurteilung mit.

5.4 Aufgaben des Versuchsleiters

Die Aufgaben des Versuchsleiters bestehen in der Organisation der Untersuchung, so wie die Gruppe von Fachleuten sie geplant hat, insbesondere darin,

- a) sich der Mitarbeit der erforderlichen Anzahl von Laboratorien zu vergewissern und dafür zu sorgen, daß Laborvertreter ernannt werden,
- b) die schriftlichen Unterlagen vorzubereiten und die Proben herzustellen, zu kennzeichnen und zu verteilen (zu jedem Niveau sollte eine bestimmte Probemenge als Reserve zurückbehalten werden),
- c) Anweisungen zu erlassen und sie früh genug an die Laborvertreter zu verteilen, um ihnen die Möglichkeit zu Kommentaren und Rückfragen zu geben,
- d) geeignete Formblätter für den Bearbeiter zu entwerfen, die als Arbeitsprotokoll und Grundlage für den Bericht der Analysenergebnisse dienen,
- e) Versuchsergebnisse zu sammeln und an den Fachmann für Statistik weiterzuleiten und