

DIN 51893**DIN**

ICS 71.040.40

**Gasanalyse –
Anforderungen an die Spezifikationsangaben bei Analysengeräten**

Gas analysis –
Requirements for specifications of analysers/analytical equipment

Analyse des gaz –
Exigences des spécifications d'équipements analytiques/d'appareils analytiques

Gesamtumfang 33 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Begriffe	4
3 Formelzeichen und Abkürzungen	5
4 Anforderungen	6
4.1 Allgemeines	6
4.2 Obligatorische Angaben	7
4.2.1 Messprinzip	7
4.2.2 Benennung und allgemeine Beschreibung des Analysengerätes	7
4.2.3 Validierungskenngrößen	7
4.2.4 Angaben zum Analysengerät	10
4.3 Freiwillige Angaben	13
4.3.1 Schulung	13
4.3.2 Service	13
4.3.3 Referenzen	13
4.3.4 Publierte Applikationen	13
Anhang A (informativ) Literaturhinweise zu den Validierungskenngrößen	14
Anhang B (informativ) Beispiele	15
Literaturhinweise	33

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-05-73 AA „Gasanalyse und Gasbeschaffenheit“ im Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN ausgearbeitet.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. Das DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt Anforderungen an die Spezifikationsangaben bei Analysengeräten fest. Die Anforderungen sollen die Verständigung zwischen Herstellern und Anwendern (Kunden) im Vorfeld von Gerätebeschaffungen erleichtern.

In diesem Dokument werden bei Analysengeräten folgende Komponenten unterschieden:

- Probenzuführungssystem,
- Trennsystem,
- Detektionssystem,
- Kalibriersystem,
- Peripherie.

2 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

2.1

Probenzuführung

System für den Eintrag des Probenmaterials in das Analysensystem

Anmerkung 1 zum Begriff: Für die Probenzuführung gibt es verschiedene Techniken und Wege.

2.2

Trennsystem

System zur Stofftrennung zwecks Detektion der gewünschten Einzelkomponenten

2.2.1

Eindimensionales Trennsystem

System zur Stofftrennung durch nur einen Trennmechanismus

Anmerkung 1 zum Begriff: Z. B. eine gaschromatographische Trennsäule mit stationärer Phase.

2.2.2

Multidimensionales Trennsystem

System zur Stofftrennung durch Kombination mehrerer Trennmechanismen, wobei ein Teil oder das gesamte Stoffgemisch mehr als nur einen Trennmechanismus durchläuft

Anmerkung 1 zum Begriff: Z. B. Säulenkombination Molsieb - PoraPLOT Q¹) in der Gaschromatographie (GC), heart-cut GC, comprehensive GCxGC mit mindestens zwei verschiedenen Säulentypen.

2.2.3

Nicht-trennendes Analysensystem

Analysengeräte ohne Trennsystem

Anmerkung 1 zum Begriff: Solche Analysengeräte werden den Detektionssystemen (siehe 4.2.4.3) zugeordnet. Ein nicht-trennendes Analysensystem kann z. B. ein Monitorgerät oder ein spektroskopisches Analysensystem sein.

2.3

Detektionssystem

System aus einem oder mehreren Detektoren, die sowohl im Verbund als auch unabhängig voneinander betrieben werden können

Anmerkung 1 zum Begriff: Eine Detektion kann sowohl universell als auch selektiv erfolgen.

1) Dieses Produkt ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Norm und bedeutet keine Anerkennung dieses genannten Produktes durch das DIN.

3 Formelzeichen und Abkürzungen

Tabelle 1 — Formelzeichen und Abkürzungen

Formelzeichen bzw. Abkürzung	Erklärung
<i>A</i>	Peakfläche
AFC	Elektronisch gesteuerte Pneumatik (en: Advanced Flow Control)
DAD	Dioden-Array-Detektor
ECD	Elektroneneinfangdetektor (en: Electron Capture Detector)
<i>f</i>	Gasflussrate durch Detektor
FID	Flammenionisationsdetektor
FTD (entspricht PND)	Stickstoff-Phosphor-Detektor (en: Flame Thermoionic Detector)
FPD	Flammenphotometrischer Detektor
FTIR	Fourier-Transform-Infrarot-Spektrometrie
GC	Gaschromatographie
GMP	Good Manufacturing Practice
GLP	Gute Laborpraxis (en: Good Laboratory Practice)
<i>H</i>	Peakhöhe
<i>N</i>	Basislinienrauschen (en: Noise)
MS	Massenspektrometrie
NDIR	nicht-dispersive Infrarotspektrometrie
<i>NG</i>	Nachweisgrenze
NIR	Nahinfrarotspektrometrie
PID	Photoionisationsdetektor
PTV	Temperatur programmierbarer Injektor (en: Programmed Temperature Vaporizer)
<i>RSD</i>	Relative Standardabweichung (en: Relative Standard Deviation)
SCOT	Support Coated Open Tubular Column
TCD (entspricht WLD)	Wärmeleitfähigkeitsdetektor (en: Thermal Conductivity Detector)
TID	Thermoionischer Detektor
UV	Ultraviolett
VIS	Visible (sichtbares Licht)
PLOT	Porous Layer Open Tubular Column
WCOT	Wall Coated Open Tubular Column

4 Anforderungen

4.1 Allgemeines

In diesem Dokument wird zwischen obligatorischen und freiwilligen Angaben unterschieden. Die einzelnen Punkte sind nachfolgend in Tabelle 2 für obligatorische Angaben und in Tabelle 3 für freiwillige Angaben aufgeführt. Nähere Erläuterungen zu den Punkten sind unter dem in der jeweiligen Tabelle angegebenen Bezug zu finden.

Die obligatorischen Angaben schließen ggf. auch Angaben wie „entfällt“, „nicht relevant“ o. ä. bei Punkten ein, die für das Gerät nicht relevant sind (z. B. Angaben zum Trennsystem bei einem nicht-trennenden Analysensystem).

Tabelle 2 — Obligatorische Angaben

Obligatorische Angaben	Bezug
Messprinzip	4.2.1
Benennung und allgemeine Beschreibung des Analysengeräts	4.2.2
Validierungskenngrößen	4.2.3
Selektivität/Spezifität (Querempfindlichkeit)	4.2.3.2
Messbereich	4.2.3.3
Linearitätsbereich	4.2.3.4
Nachweisgrenze	4.2.3.5
Bestimmungsgrenze	4.2.3.6
Wiederholstandardabweichung	4.2.3.7
Driftrate	4.2.3.8
Robustheit	4.2.3.9
Angaben zum Analysengerät	4.2.4
Probenzuführung	4.2.4.1
Probenaufgabeverfahren	4.2.4.1.2
Probenaufgabesystem	4.2.4.1.3
Probenverbrauch	4.2.4.1.4
Trennsystem	4.2.4.2
Eindimensionales Trennsystem	4.2.4.2.2
Multidimensionales Trennsystem	4.2.4.2.3
Detektionssystem	4.2.4.3
Einzelner (stand-alone) Detektor	4.2.4.3.1
Gekoppelte Detektoren	4.2.4.3.2
Betriebsparameter	4.2.4.3.3
Kopplungssysteme	4.2.4.3.4
Betrieb	4.2.4.4

Tabelle 2 (fortgesetzt)

Obligatorische Angaben	Bezug
Betriebsmittel/Ressourcen	4.2.4.4.1
Betriebsbedingungen	4.2.4.4.2
Kalibrierung	4.2.4.4.3
Zeitaufwand je Messung	4.2.4.4.4
Datenverarbeitung	4.2.4.4.5
Auswertung	4.2.4.4.6
Updates und Upgrades	4.2.4.4.7
Wartung	4.2.4.4.8
Umweltaspekte	4.2.4.5

Tabelle 3 — Freiwillige Angaben

Freiwillige Angaben	Bezug
Schulung	4.3.1
Service	4.3.2
Referenzen	4.3.3
Publizierte Applikationen	4.3.4

Die Angaben in dieser Tabelle werden im Folgenden unter den einzelnen Bezügen näher erläutert.

4.2 Obligatorische Angaben

4.2.1 Messprinzip

Das Messprinzip des Analysators ist anzugeben.

BEISPIELE GC, NDIR, UV-Spektrometrie usw.

4.2.2 Benennung und allgemeine Beschreibung des Analysengerätes

Das Analysengerät ist zu benennen und zu beschreiben (ggf. Skizze, Zeichnung oder Ablaufdiagramm). Mögliche Anwendungsbereiche sind anzugeben.

4.2.3 Validierungskenngrößen

4.2.3.1 Allgemeines

Für repräsentative Applikationen (Analyt/Matrix-Kombinationen) sind Angaben zu den unter diesem Punkt aufgeführten Kenngrößen zu machen. Falls relevant, sollten nach Möglichkeit bekannte Prüfanwendungen (z. B. aus dem Pharmabereich) verwendet werden.

Die herstellereitigen Angaben liefern wertvolle Informationen über die Betriebseigenschaften des Analysengeräts. Sie entbinden den Anwender jedoch nicht von der Pflicht, seine Applikationen selbst zu validieren, d. h. die relevanten Kenngrößen zu bestimmen und die Ergebnisse in Hinblick auf den vorgesehenen Zweck zu bewerten.

Zu allen Kenngrößen ist anzugeben, wie sie bestimmt wurden (Definition/Bestimmungsverfahren, Randbedingungen, Anzahl der Messwerte usw.).

4.2.3.2 Selektivität/Spezifität (Querempfindlichkeit)

Für eine gegebene Analyt/Matrix-Kombination umfasst die Selektivität die Angaben über Querempfindlichkeiten gegenüber Störkomponenten; Spezifität bedeutet vollständige Abwesenheit von Querempfindlichkeiten.

Zur Abfrage dieser Angaben wird Tabelle 4 empfohlen.

Tabelle 4 — Beschreibung Analyten/Matrizes — Querempfindlichkeiten

Probenbeschreibung			Querempfindlichkeit		
Analyt(en)	Konzentrationsbereich ^a	Matrix	Störkomponente(n)	Einfluss auf die Messung	Gegenmaßnahmen
^a In diesem Dokument steht „Konzentration“ stellvertretend für alle Größen, die zur Angabe der Menge eines Analyten in einer Probe verwendet werden, z. B. Massenkonzentration, Stoffmengenanteil und Volumenanteil.					

4.2.3.3 Messbereich

Für eine gegebene Analyt/Matrix-Kombination ist der Messbereich der Teil des Konzentrationsbereichs, in dem die Messergebnisse festgelegte Mindestanforderungen an die Ergebnisqualität erfüllen (Fehlergrenzen, Messunsicherheit, Wiederholpräzision, Wiederfindung o. ä.).

Die Kriterien für die Festlegung der Grenzen des Messbereichs sind anzugeben.

ANMERKUNG In der Regel wird als untere Messgrenze die Bestimmungsgrenze (siehe 4.2.3.6) verwendet.

4.2.3.4 Linearitätsbereich

Für eine gegebene Analyt/Matrix-Kombination ist der Linearitätsbereich derjenige Teil des Messbereichs, in dem die gemessenen Werte (Signalintensität, Peakfläche usw.) linear von der Konzentration des Analyten abhängen.

Das Verfahren zur Ermittlung des Linearitätsbereichs (Referenzproben, Linearitätsprüfung) ist anzugeben.

ANMERKUNG In vielen Dokumenten wird Linearität im Sinne von Proportionalität verwendet.

4.2.3.5 Nachweisgrenze

Für eine gegebene Analyt/Matrix-Kombination ist die Nachweisgrenze die niedrigste Konzentration, bei der das Analysengerät einen Positivnachweis für das Vorhandensein des Analyten in der Matrix ermöglicht.

Das Verfahren zur Ermittlung der Nachweisgrenze ist anzugeben.

ANMERKUNG Einschlägige Verfahren sind: a) Blindwertverfahren (Bestimmung aus der Messwertstreuung an Blindproben) und b) Kalibrierkurvenverfahren (Bestimmung aus dem Konfidenzband einer Kalibrierkurve).

4.2.3.6 Bestimmungsgrenze

Für eine gegebene Analyt/Matrix-Kombination ist die Bestimmungsgrenze die niedrigste Konzentration, bei der das Analysengerät eine quantitative Bestimmung des Analyten in der Matrix mit ausreichender Genauigkeit ermöglicht.

Das Verfahren zur Ermittlung der Bestimmungsgrenze ist anzugeben.

ANMERKUNG Einschlägige Verfahren sind: a) Blindwertverfahren (Bestimmung aus der Messwertstreuung an Blindproben) und b) Kalibrierkurvenverfahren (Bestimmung aus dem Konfidenzband einer Kalibrierkurve).

4.2.3.7 Wiederholstandardabweichung

Für eine gegebene Analyt/Matrix-Kombination kennzeichnet die Wiederholstandardabweichung die Streuung der Messergebnisse bei wiederholten Messungen an einer Probe (oder identischen Proben) bei gleichen Messbedingungen über einen kurzen Zeitraum.

Die Wiederholstandardabweichung ist als relative Standardabweichung (Variationskoeffizient) für repräsentative Punkte des Messbereichs, mindestens ein Punkt je Dekade, insgesamt mindestens drei Punkte, anzugeben.

Die Bestimmung der Wiederholstandardabweichung ist zu beschreiben (Messpunkte und Zahl der Wiederholungen).

4.2.3.8 Driftrate

Drift ist die stetige Änderung der gemessenen Werte (Signalintensität, Peakfläche usw.) bei konstantem Analytgehalt und konstanten Messbedingungen. Die Driftrate wird an repräsentativen Proben bestimmt und als Änderung je Zeitintervall angegeben.

Die Bestimmung der Driftrate ist zu beschreiben (Driftprobe(n), Zeitabstände).

4.2.3.9 Robustheit

Die Robustheit kennzeichnet die Unempfindlichkeit gegenüber kleinen Änderungen der Verfahrensparameter und Messbedingungen. Sie gibt Hinweise auf die Zuverlässigkeit der Messergebnisse unter den Einsatzbedingungen der Laborpraxis.

Die Betriebsbedingungen sind so festzulegen, dass Änderungen der für den bestimmungsgemäßen Betrieb relevanten Parameter (z. B. Umgebungstemperatur, Luftdruck, Störfelder, Strömungsgeschwindigkeit, Probenmenge), die sich im Rahmen der Betriebsbedingungen halten, keine signifikanten Auswirkungen auf die Messergebnisse haben.

Falls das für bestimmte Parameter nicht möglich oder nicht zweckmäßig ist (siehe nachfolgendes Beispiel), müssen diese Parameter genannt und Angaben zu den Auswirkungen von Änderungen auf die Messergebnisse gemacht werden.

BEISPIEL Für den Betrieb eines GC ist der Luftdruck ein relevanter Parameter, bei dem eine Festlegung in den Betriebsbedingungen nicht zweckmäßig ist. Bei einer GC-Analyse ändert sich mit dem Luftdruck die dosierte Probenmenge. Das hat jedoch keine Auswirkungen auf die Analysenergebnisse, wenn Analyse und Kalibrierung bei gleichem Luftdruck durchgeführt werden. Alternativ lassen sich die Auswirkungen auf Analysenergebnisse rechnerisch korrigieren.

4.2.4 Angaben zum Analysengerät

4.2.4.1 Probenzuführung

4.2.4.1.1 Allgemeines

Die Kenntnis der Verfahren der Probenzuführung und damit die Wege des Eintrags der Proben in das Analysensystem sind für das Design des gesamten Probentransfersystems von fundamentaler Bedeutung.

Zur Ausführung kommen bei kommerziell konfektionierten Analysensystemen üblicherweise zwei Verfahren der Probenzuführung.

a) Die „extraktive Probenzuführung“:

Die Analysensysteme sind mit einer Probenahmepumpe ausgestattet, d. h. sie saugen die Probe selbsttätig an und benötigen keinen Überdruck der Probe.

b) Die „nicht-extraktive Probenzuführung“:

Diese Analysensysteme benötigen die zu untersuchende Probe mit Überdruck (z. B. aus einem Druckgasbehälter/Probenahmegefäß oder aus einer Spritze), um die Probe dem Analysator zuzuführen. Dieses Verfahren ist geeignet zur diskreten und kontinuierlichen Probenaufgabe.

Für den Probeneintrag in die Analysatoren selbst werden z. B. manuell gefüllte Küvetten, Durchflussszellen, Absorptionszellen, Probenschleifen usw. eingesetzt.

Die Probenzuführung einschließlich des Probeneintrags (s. o.) mit definierten physikalischen Bedingungen ist zu beschreiben.

BEISPIEL Probendurchfluss in Liter je Stunde bei definiertem Druck und definierter Temperatur.

4.2.4.1.2 Probenaufgabeverfahren

Das Probeaufgabeverfahren ist zu beschreiben.

BEISPIELE Diskret, kontinuierlich, in-line, in-line mit Anreicherung, off-line, off-line mit Anreicherung, partielle Probenahme aus Headspace.

4.2.4.1.3 Probenaufgabesystem

Das Probenaufgabesystem ist unter Berücksichtigung der Materialverträglichkeit gegenüber Analyten und Betriebsmittel zu beschreiben.

BEISPIELE Mehrwegeventil, GC-Injektor, maximaler und minimaler Eingangsdruck, Werkstoff.

4.2.4.1.4 Probenverbrauch

Es sind Angaben zur benötigten Probemenge bei definierten physikalischen Bedingungen zu machen.

BEISPIEL Probenverbrauch in Liter je Stunde bei definiertem Druck und definierter Temperatur.