

DIN ISO 8466-2

ICS 13.060.50

Ersatz für
DIN ISO 8466-2:2000-09

**Wasserbeschaffenheit –
Kalibrierung und Auswertung analytischer Verfahren und
Beurteilung von Verfahrenskennndaten –
Teil 2: Kalibrierstrategie für nichtlineare
Kalibrierfunktionen zweiten Grades (ISO 8466-2:2001)**

Water quality –
Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of
performance characteristics –
Part 2: Calibration strategy for non-linear second-order calibration
functions (ISO 8466-2:2001)

Qualité de l'eau –
Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse et estimation des
caractères de performance –
Partie 2: Stratégie d'étalonnage pour fonctions d'étalonnage non linéaires
du second degré (ISO 8466-2:2001)

Gesamtumfang 19 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Die Internationale Norm ISO 8466-2:2001 „Water quality — Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics — Part 2: Calibration strategy for non-linear second-order calibration functions“ ist unverändert in diese Deutsche Norm übernommen worden.

Diese Norm ist Bestandteil der Reihe

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und
Schlammuntersuchung —
Allgemeine Angaben (Gruppe A)

und beschreibt das Verfahren

Kalibrierung und Auswertung analytischer Verfahren und Beurteilung von
Verfahrenskenndaten — Teil 2: Kalibrierstrategie für nichtlineare Kalibrier-
funktionen zweiten Grades (A 44)

Nationales Vorwort

Diese Norm wurde unter Beteiligung deutscher Fachleute aus dem Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN und der Wasserchemischen Gesellschaft — einer Fachgruppe in der Gesellschaft Deutscher Chemiker — im ISO/TC 147 „Wasserbeschaffenheit“ (Sekretariat: Deutschland) erarbeitet.

Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten und bestehende Sicherheitsvorschriften zu beachten.

Bei Anwendung der Norm ist im Einzelfall je nach Aufgabenstellung zu prüfen, ob und inwieweit die Festlegung von zusätzlichen Randbedingungen erforderlich ist.

Die als DIN-Normen veröffentlichten Einheitsverfahren sind bei der Beuth Verlag GmbH einzeln oder zusammengefasst erhältlich. Außerdem werden die genormten Einheitsverfahren in der Loseblatt-Sammlung „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung“ gemeinsam von der Beuth Verlag GmbH und von dem Wiley-VCH Verlag publiziert.

Alle für die Abwasserverordnung (AbwV) — enthalten in der neuen Verordnung zu § 7a des Gesetzes zur Ordnung des Wasserhaushaltes (WHG) über „Anforderungen an das Einleiten von Abwasser in Gewässer und zur Anpassung des Abwasserabgabengesetzes“ — relevanten Einheitsverfahren sind zusammen mit der AbwV und dem WHG und allen noch fortgeltenden Abwasserverwaltungsvorschriften als Loseblatt-Sammlung „Analysenverfahren in der Abwasserverordnung — Rechtsvorschriften und Normen“ mit dem Ergänzungsband 1 (DIN-Normen), Ergänzungsband 2 (DIN-EN- und DIN-EN-ISO-Normen) und dem Ergänzungsband 3 (DIN-, DIN-EN- und DIN-EN-ISO-Normen) herausgegeben worden.

Normen oder Norm-Entwürfe mit dem Gruppentitel „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung“ sind in folgende Gebiete (Haupttitel) aufgeteilt:

Allgemeine Angaben (Gruppe A)	(DIN 38402)
Sensorische Verfahren (Gruppe B)	(DIN 38403)
Physikalische und physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C)	(DIN 38404)
Anionen (Gruppe D)	(DIN 38405)
Kationen (Gruppe E)	(DIN 38406)
Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F)	(DIN 38407)
Gasförmige Bestandteile (Gruppe G)	(DIN 38408)
Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H)	(DIN 38409)
Biologisch-ökologische Gewässeruntersuchung (Gruppe M)	(DIN 38410)
Mikrobiologische Verfahren (Gruppe K)	(DIN 38411)
Testverfahren mit Wasserorganismen (Gruppe L)	(DIN 38412)
Einzelkomponenten (Gruppe P)	(DIN 38413)
Schlamm und Sedimente (Gruppe S)	(DIN 38414)
Suborganismische Testverfahren (Gruppe T)	(DIN 38415)

Außer den in der Reihe DIN 38402 bis DIN 38415 genormten Untersuchungsverfahren liegen eine Reihe Internationaler und Europäischer Normen als DIN-EN-, DIN-EN-ISO- und DIN-ISO-Normen vor, die ebenfalls Bestandteil der „Deutschen Einheitsverfahren“ sind.

Über die bisher erschienenen Teile dieser Normen gibt die Geschäftsstelle des Normenausschusses Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Telefon (0 30) 26 01 — 24 48, oder der Beuth Verlag GmbH, Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin, Postanschrift 10772, Auskunft.

Änderungen

Gegenüber DIN ISO 8466-2:2000-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) folgende Formelzeichen wurden geändert:
 - PW in F_{calc} Prüfwert zur Durchführung des F -Tests,
 - $VB(\hat{x})$ in $I(\hat{x})$ Prognoseintervall (Vertrauensbereich für die Konzentration $\hat{x}$);
- b) in Tabelle A.1 wurden Zeilen- und Spaltenköpfe eingefügt, die die Werte in der Tabelle zusätzlich erklären;
- c) redaktionelle Änderungen auf Grund der Korrekturen im ISO-Original.

Frühere Ausgaben

DIN ISO 8466-2: 2000-09

Deutsche Übersetzung

Wasserbeschaffenheit

Kalibrierung und Auswertung analytischer Verfahren und
Beurteilung von Verfahrenskennndaten
Teil 2: Kalibrierstrategie für nichtlineare Kalibrierfunktionen
zweiten Grades

Inhalt

	Seite
Vorwort	5
1 Anwendungsbereich	5
2 Formelzeichen	6
3 Durchführung	7
3.1 Wahl des Arbeitsbereichs	7
3.2 Prüfung der Homogenität der Varianzen	7
3.3 Messung	8
4 Berechnung der Polynominalkoeffizienten	8
5 Verfahrenskennndaten	9
5.1 Reststandardabweichung	9
5.2 Empfindlichkeit des Analysenverfahrens	10
5.3 Verfahrenstandardabweichung	10
5.4 Relative Verfahrenstandardabweichung	11
6 Analyse einer Probe	11
6.1 Allgemeines	11
6.2 Prüfung auf Minima und Maxima	11
6.3 Berechnung des Analysenergebnisses	11
6.4 Prognoseintervall des Analysenergebnisses (siehe Bild 1)	12
7 Beispiel	12
7.1 Kalibrierung, Verfahrenskennndaten, Auswertung	12
7.2 Einfachanalyse einer unbekannten Probe	13
Anhang A (normativ) <i>F</i> -Tabelle (99 %)	16
Literaturhinweise	19

Vorwort

Die ISO (Internationale Organisation für Normung) ist die weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitglieds Körperschaften). Die Erarbeitung Internationaler Normen obliegt den Technischen Komitees der ISO. Jede Mitglieds Körperschaft, die sich für ein Thema interessiert, für das ein Technisches Komitee eingesetzt wurde, ist berechtigt, in diesem Komitee mitzuarbeiten. Internationale (staatliche und nichtstaatliche) Organisationen, die mit der ISO in Verbindung stehen, sind an den Arbeiten ebenfalls beteiligt. Die ISO arbeitet bei allen Angelegenheiten der elektrotechnischen Normung eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Internationale Normen werden in Übereinstimmung nach ISO/IEC-Regularien, Teil 3 erarbeitet.

Die von den Technischen Komitees verabschiedeten internationalen Norm-Entwürfe werden den Mitglieds Körperschaften zur Abstimmung vorgelegt. Die Veröffentlichung als Internationale Norm erfordert Zustimmung von mindestens 75% der abstimmenden Mitglieds Körperschaften.

Es wird darauf hingewiesen, dass die Möglichkeit besteht, dass einige Teile dieser Internationalen Norm Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Die Internationale Norm ISO 8466-2 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Wasserbeschaffenheit“, Unterkomitee SC 2 „Physikalische, chemische und biochemische Verfahren“, ausgearbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 8466-2:1993), die fachlich überarbeitet wurde.

ISO 8466 besteht aus den folgenden Teilen unter dem Haupttitel *Water quality — Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics*:

- *Part 1: Statistical evaluation of the linear calibration function*
- *Part 2: Calibration strategy for non-linear second order calibration functions*

Anhang A ist integraler Bestandteil dieses Teiles von ISO 8466.

1 Anwendungsbereich

Die Beziehung zwischen Kalibrierdatensätzen lässt sich nicht immer mit einer linearen Kalibrierfunktion beschreiben, selbst bei Verkleinerung des Arbeitsbereichs. Anstelle der linearen Regressionsanalyse wird hier das Polynom zweiten Grades angewandt (siehe Linearitätstest in 4.1.3 in ISO 8466-1:1990 [1]). Mittels dieser Norm kann nicht nur die Kalibrierfunktion, sondern auch der dazugehörige Vertrauensbereich berechnet werden.

Dieser Teil von ISO 8466 ist primär zur Anwendung bei der Verfahrensentwicklung gedacht und kann nicht unbedingt für alle Routineanalysen eingesetzt werden.

2 Formelzeichen

a, b, c	Koeffizienten der Kalibrierfunktion
E	Geräteempfindlichkeit in der Mitte des Arbeitsbereichs
e	Geräteempfindlichkeit, identisch mit 1. Ableitung der Kalibrierfunktion
$F(f_1, f_2, P)$	Tabellenwert der F -Verteilung mit den Freiheitsgraden f_1 und f_2 und einem Signifikanzniveau P (%)
F_{calc}	Prüfwert zur Durchführung des F -Tests
f	Anzahl der Freiheitsgrad für die Reststandardabweichung ($f = N - 3$)
$I(\hat{x})$	Vertrauensbereich für die Konzentration (Prognoseintervall)
i	laufende Nummer der Konzentrationsstufen mit $i = 1, 2, \dots, N$
j	laufende Nummer der Analysen der Konzentrationsstufen i , mit $j = 1, 2, \dots, n_i$
N	Anzahl der gewählten Konzentrationsstufen (für diesen Teil der ISO 8466, $N = 10$)
$\hat{N}$	Anzahl der Parallelanalysen für dieselbe Analysenprobe
n_i	Anzahl der Analysen je Konzentrationsstufe n_i
s_{xo}	Verfahrenstandardabweichung
s_y	Reststandardabweichung
s_i^2	Varianz der Messwerte für Analysen von Standardproben mit der Konzentration x_i
$t(f_1, P)$	Tabellenwert der t -Verteilung mit $f_1 = N - 3$ Freiheitsgraden und einem Signifikanzniveau P (%) (t -Faktor der Student-Verteilung)
V_{xo}	Verfahrensvariationskoeffizient
x_1	Konzentration der Standardprobe an der unteren Grenze des Arbeitsbereichs (1. Standardprobe)
x_{10}	Konzentration der Standardprobe an der oberen Grenze des Arbeitsbereichs (10. Standardprobe)
x_i	Konzentration der i -ten Standardprobe
$\bar{x}$	Mittelwert der Standardkonzentrationen x_i aus dem Kalibrierexperiment
x^*	Konzentration, an der die Kalibrierfunktion ein Minimum oder Maximum aufweist.
$\hat{x}$	über die Kalibrierfunktion berechnete Konzentration der Analysenprobe mit dem Messwert $\hat{y}$
$y_{i,j}$	j -ter Messwert für die Konzentration x_i
$\bar{y}$	Mittelwert der Messwerte y_i aus dem Kalibrierexperiment
$\bar{y}_i$	Mittelwert der Messwerte $y_{i,j}$ von Standardproben mit der Konzentration x_i
$\hat{y}$	Messwert einer Analysenprobe
$\hat{y}$	über die Kalibrierfunktion errechneter Messwert zur Standardkonzentration x_i