



Messunsicherheitsabschätzung nach DIN ISO 11352

Dr.-Ing. Michael Koch

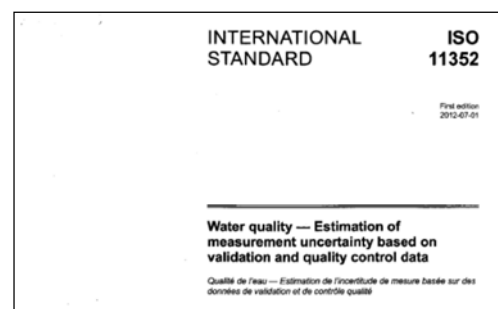
Institut für Siedlungswasserbau, Wassergüte und Abfallwirtschaft
der Universität Stuttgart
Arbeitsbereich Hydrochemie und Analytische Qualitätssicherung
Bandtäle 2
D-70569 Stuttgart
Tel.: 0711 685 65444 / Fax: 0711 685 55444
E-Mail: Michael.Koch@iswa.uni-stuttgart.de



Erscheinen der Norm

- Als ISO-Norm am 1.7.2012
- Als DIN ISO-Norm im März 2013

Deutscher Titel: „Abschätzung der Messunsicherheit, beruhend auf Validierungs- und Kontrolldaten“





Welchen Nutzen hat die Norm?

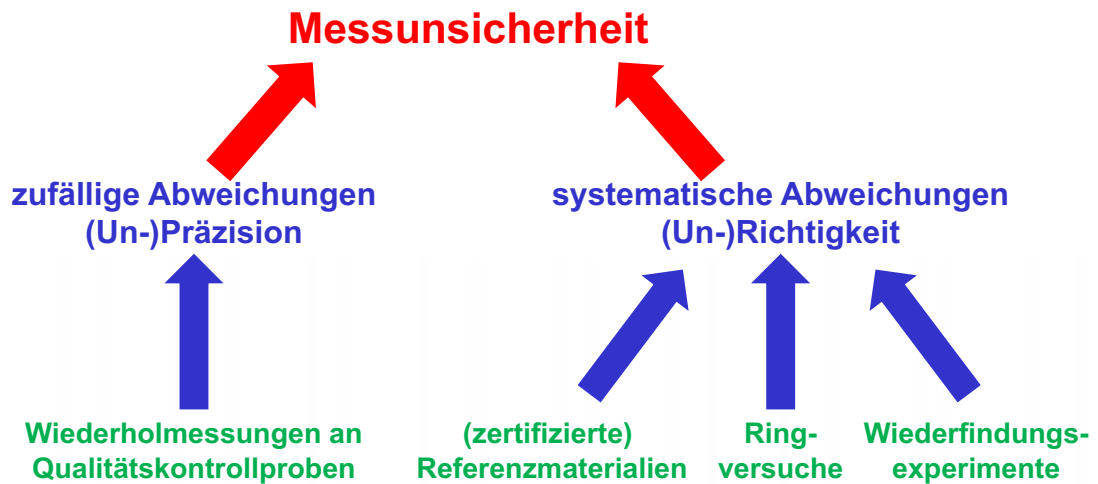
- Die DIN ISO 11352 setzt das, was im im NORDTEST-Handbook und der DEV A-04 beschrieben war, erstmals in einer Norm um
- Dies steigert die Akzeptanz dieses Verfahrens, insbesondere bei der Akkreditierung
- Die Nutzer dieser Norm erhalten damit mehr Sicherheit



Grundlage

- Messunsicherheit ist eine Eigenschaft eines einzelnen Messergebnisses
- Schätzung gewöhnlich nicht für jedes einzelne Messergebnis notwendig, wenn das Messergebnis aus einem kontrollierten Messprozess stammt.
- Bestimmung in dieser Norm für einen Satz ähnlicher Messergebnisse
- Es wird angenommen, dass ein Satz von Messergebnissen, der mit einem bestimmten analytischen Verfahren gewonnen wurde, unter kontrollierten Bedingungen gewonnen wurde.
- Schätzung der Messunsicherheit gilt für alle Messergebnisse aus diesem Satz, unabhängig von der Probenmatrix und vom Analytiker, vorausgesetzt, dass die Messungen im Rahmen eines Qualitätssicherungsprogramms ausgeführt werden

Schätzprinzip



M. Koch - Messunsicherheitsabschätzung nach DIN ISO 11352

(Un-)Präzision – Reproduzierbarkeit innerhalb des Labors

- wie in DEV A0-4
 - Kontrollproben, die den gesamten Analysenprozess abdecken
 - $u_{Rw} = s_{Rw}$
 - Standardlösungen als Kontrollproben
 - Kombination der Standardabweichungen aus Mittelwert- und Spannweitenregelkarten
 - Instabile Kontrollproben
 - Kombination aus Standardabweichung aus Spannweitenregelkarte und Schätzung für den Anteil zwischen den Analysenserien

M. Koch - Messunsicherheitsabschätzung nach DIN ISO 11352



(Un-)Richtigkeit – Methoden- und Laborbias

- auch wie in DEV A0-4
 - Analytik geeigneter Referenzmaterialien
 - Kombination der Abweichung, deren Unsicherheit und der Unsicherheit des Referenzwerts (mind. 6 Analysen)
 - Teilnahme an Ringversuchen
 - Kombination der Abweichungen (Wurzel aus dem Mittelwert der Quadrate) und der Unsicherheit der zugewiesenen Werte (mind. 6 Ringversuchsproben)
 - Wiederfindungsexperimente
 - Kombination der Abweichungen (Wurzel aus dem Mittelwert der Quadrate) und der Unsicherheit der Aufstockungen (mind. 6 Experimente)

M. Koch - Messunsicherheitsabschätzung nach DIN ISO 11352



Kombinierte Standardunsicherheit und erweiterte Unsicherheit

- Kombination der beiden Komponenten

$$u_c = \sqrt{u_{R_w}^2 + u_b^2}$$

- Erweiterungsfaktor $k=2$ (ca. 95% Vertrauensintervall)

$$U = 2 \cdot u_c$$

M. Koch - Messunsicherheitsabschätzung nach DIN ISO 11352



Was ist neu? - 1

- Hinweis auf die Notwendigkeit der genauen Spezifikation der Messung
- Dazu gehören:
 - die Messgröße, z.B. Massenkonzentration an Cd-Ionen in Trinkwasser
 - bei Konventionsverfahren gehört das Messverfahren mit zur Spezifikation der Messgröße
 - das betrachtete Messverfahren
 - der Anwendungsbereich (Matrizes, Konzentrationsbereiche)



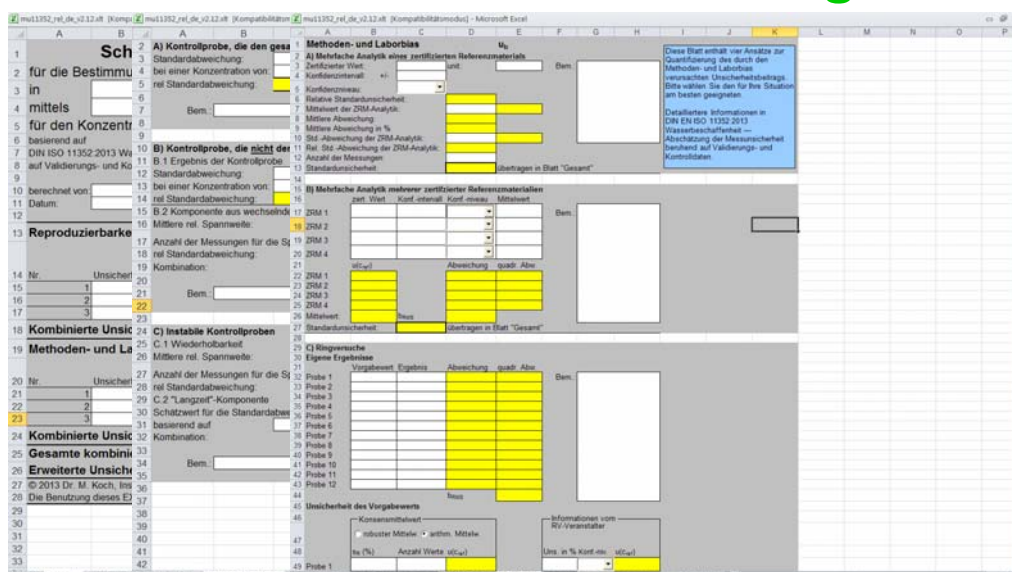
Was ist neu? - 2

- Spezifikation der parametrischen Form, in der die Messunsicherheit angegeben wird
 - entweder absolut (z.B. in $\mu\text{g/l}$) oder relativ (in %)
 - in der Nähe der Bestimmungsgrenze sind häufig die absoluten Unsicherheiten konstant
 - deutlich über der BG sind häufig die relativen Unsicherheiten konstant
 - siehe Vortrag bei der AQS-Jahrestagung 2012

Beispiele alle aus DEV A0-4 übernommen

- Beispiel 1: o-Phosphat in Meerwasser
- Beispiel 2: Gesamt-P in Meerwasser
- Beispiel 3: Triflusulfuron-methyl in Trinkwasser

EXCEL-Sheet zur Abschätzung



- erhältlich auf www.aqsbw.de

Schulungskurs



- auch als Inhouse-Schulung