



## Analytik/Labor

Seminar

### **Kalibrierung in der chemischen Analytik - Statistische Methoden**

Methodenauswahl, -vergleich und -bewertung mit Kalibrierdaten, Ermitteln von Leistungsdaten und Messunsicherheiten

Leitung

Dr. Stefan Schömer

16. - 17. Oktober 2006 in München

Seminar

### **Messunsicherheit und Fähigkeit in der Analytik**

Von statistischen Methoden zu neuen Konzepten

Leitung

Dr. Stefan Schömer

18. - 19. Oktober 2006 in München

# Kalibrierung in der chemischen Analytik - Statistische Methoden

Methodenauswahl, -vergleich und -bewertung mit Kalibrierdaten, Ermitteln von Leistungsdaten und Messunsicherheiten

## Zielsetzung

Das Seminar vermittelt Kenntnisse zur gezielten Auswahl von Kalibrierverfahren und deren Auswertung. Schwerpunkte sind die zweckgerichtete Auswertung der Kalibrierdaten mit am praktischen Problem ausgerichteten Auswertungsmethoden. Vor- und Nachteile ausgewählter Verfahren (z.B. Kalibrierverfahren, Aufstockverfahren, gewichtete Regression) werden am Beispiel verdeutlicht. Einflüsse von Kriterien wie Arbeitsbereichsfestlegung, Matrixeffekte, Ausreißeranfälligkeit oder Robustheit einer Methode werden diskutiert. Die Teilnehmer erlangen Kenntnisse zur Ermittlung praxisnaher Leistungsdaten und Messunsicherheiten auf Basis von Kalibriermessungen.

## Teilnehmerkreis

Verantwortliche Mitarbeiter und Mitarbeiterinnen aus Entwicklungs-, Dienstleistungs- oder Betriebslabor, die zur Methodvalidierung oder -entwicklung die Güte von Analyseverfahren durch Vergleich der Kalibrierdaten nachweisen oder im Rahmen der Prüfmittelüberwachung und Rekalibrierung Analyseverfahren auf Basis der Kalibrations- und Verfahrenskenndaten auswählen und bewerten.

## Inhalt

- Statistische Grundlagen (Schömer)
  - Messwerte und Kenndaten vergleichen, F-Test, t-Test, Vertrauens- und Vorhersagebereich der Regressionsfunktionen
- Vergleich der Koeffizienten und Kenndaten von Kalibrierfunktionen (Schömer)
  - Linearität, Arbeitsbereich, Auswahl der Ordnung der Regression, Auswahlkriterien, F-Test, Mandel-Test, Präzision der Kalibrierfunktion
  - Auswirkungen auf die Präzision der Analyseergebnisse, Leistungsdaten, Empfindlichkeit
  - Residuen-Analyse der verschiedenen Kalibrierfunktionen im Vergleich, Regressionsausreißer (DEV)

- Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze (Schömer)
  - Linearität, Auswahl der Kalibrierfunktion, Vergleich der Berechnungsmöglichkeiten (Funk et. al., DIN 32 645, DIN 38 402), Vor- und Nachteile
  
- Kalibrierung und Validierung für den Routinebetrieb (Platen)
  - Was ist eigentlich Routineanalytik
  - Aufwand für Kalibrierung und Validierung am praktischen Beispiel dreier Labortypen
  - Organisation von Kalibrierung und Validierung im Labor
  - Aufwand und Nutzen am Beispiel Doppelbestimmung und Standardadditionsverfahren
  - Kostenabschätzung für Rekalibrierung und Validierung
  
- Analytgehalte ermitteln (Kuss)
  - systematische und zufällige Fehlermöglichkeiten, externe/interne Standardmethode, Gewichtete Regression
  - Graphik als Hilfsmittel zum schnellen Überblick, Varianzenhomogenität, Homogene Regression, Erweitern des Arbeitsbereiches, Bsp. chromatografischer Verfahren
  
- Ergebnisunsicherheiten in Abhängigkeit der Auswahl der Kalibrierfunktion (Schömer)
  - Die Auswahl der Kalibrierfunktion beeinflusst die Ergebnisunsicherheit, Simulation von Kalibriermessungen, Analysenergebnisse in Abhängigkeit der Leistungsdaten der Kalibrierung beobachten. Unterschiede der Ordnungen, Gewichtungen, Was bedeutet "Überkalibrieren"?
  
- Anforderungen an die Leistungsfähigkeit (Schömer)
  - Bedeutung von Kundenanforderungen, welche Kalibrationsdaten sind erforderlich?, Fähigkeit von Analysenverfahren, Auswahl des Arbeitsbereiches bei erforderlicher Ergebnisunsicherheit, Vorgabe der Mindestempfindlichkeit, Robustheit als Anforderung zur Übergabe von Analysenverfahren
  
- Diskussion
  - Die "optimale" Kalibrierung, die "vernünftige" Kalibrierung, die notwendige Kalibrierung, welche Leistungsmerkmale sind aus Kalibrierdaten zugänglich und realistisch?, Leistungsfähigkeit eines Analysenverfahrens, Kosten- und Zeitaufwand vernünftig planen

### **Leitung/Referent(en)**

Dr. Stefan Schömer, pro-isomehr, Saarbrücken  
Prof. Dr. Harald Platen, FH Gießen, Umwelt- und Hygiene-  
technik  
Dr. Hans-Joachim Kuss, Ludwig-Maximilians-Universität  
München

### **Termin/Ort**

16.10.2006, 09:30 Uhr - 17.00 Uhr  
17.10.2006, 09:00 Uhr - 16:00 Uhr  
München, AGORA Business Center Laim GmbH,  
Landsberger Str. 302

### **Teilnahmegebühr**

HDT Mitglieder: € 1120,00 - Nichtmitglieder: € 1190,00  
einschließlich veranstaltungsgebundener Arbeitsunterlagen  
sowie Mittagessen und Pausengetränken  
Kurtitel: Kalibrierung  
Veranst.-Nr.: N-H050-10-211-6

# Messunsicherheit und Fähigkeit in der Analytik

Von statistischen Methoden zu neuen Konzepten

## Zielsetzung

Die Teilnehmer erfahren, Angaben zur Unsicherheit Ihrer Analysenergebnisse

- als Bewertungs- und Auswahlkriterium für eigene Analysemethoden zu nutzen
- in Berichten richtig auszuwählen, zu interpretieren und gegenüber dem Auftraggeber zu vertreten
- als Qualitätsmerkmal zu verstehen und dem Kunden zu vermitteln
- in Einzelkomponenten zu ermitteln, zu unterscheiden, in Budgets zusammenzuführen und zu diesem Zweck geeignete Verfahren festzulegen.

## Teilnehmerkreis

Führungskräfte und Mitarbeiter aus Betriebs- oder Dienstleistungslabors, die auf der Grundlage neuer Forderungen aus Normen und Richtlinien (z.B. ISO 9000:2000 oder ISO 17025) oder aus Anlass von Kundenforderungen Unsicherheiten Ihrer Analysenergebnisse ermitteln, bewerten und schließlich dem Auftraggeber berichten.

## Inhalt

- Begriffe und Definitionen (Schömer)
  - Angaben zu Präzision und Unsicherheit in QM Normen, Richtlinien und gesetzlichen Forderungen
- Unsicherheit von Messwerten - bewährte statistische Konzepte (Schömer)
  - Richtigkeit und Präzision quantitativer Messungen
  - Natürliche Schwankungen statistisch beherrschter Analyseverfahren
  - Methodenrelevante Einflussgrößen erkennen - gesicherte Angaben zur Unsicherheit aus Wiederhol- und Vergleichspräzision, aus Ringversuchen oder aus Regelkarten

- Methodenfähigkeit - Gesamtkonzept (Schömer)
  - Analysenfähigkeit - welche Unsicherheit ist noch erlaubt?
  - Kundenanforderungen und Spezifikationsgrenzen berücksichtigen
  - Erreichen fähiger Analysenverfahren, Messunsicherheit als Kennwert zur Leistungssteigerung
- Richtlinien zur Erfassung und Quantifizierung der Messunsicherheit (Bremser)
  - Der ISO Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement
  - Der EURACHEM Guide "Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement", 2. Ausgabe 2000
  - Der Guide EA-4/02 (Uncertainty in Calibration)
  - Akkreditierung nach ISO 17 025 - Neue Anforderungen an das analytische Labor, Anforderungen an die Normung und Regelsetzung
- Der EURACHEM Guide - die SOP / VA zur Unsicherheitsermittlung im analytischen Labor? (Bremser)
  - Ursache-Wirkungs-Diagramm, Step-by-step Approach, Unsicherheitsbudget
  - Integration komplexer Schätzer in die Ermittlung des Unsicherheitsbudgets
  - Beispielbetrachtung
- Messunsicherheits-Workshop (Bremser)
  - Problemlösung: Unsicherheitsbudget für die gravimetrische Herstellung einer Multianalyt-Kalibrierlösung
  - Projektarbeit: Unsicherheit bei der OCP-Bestimmung in Böden
- Ermitteln der Unsicherheit mit Software (Rösslein)
  - Anforderungen an Software
  - Beispiel Uncertainty-Manager - Softwarewerkzeug zur Evaluation der Messunsicherheit in der analytischen Chemie, entwickelt unter der Leitung der EMPA-St. Gallen
  - Übersicht empfehlenswerter Softwareunterstützung
- Fallbeispiele - Unsicherheit analytischer Verfahren (Rösslein)
  - Spezifikation des Analyseverfahrens, Komponenten der Unsicherheit im Modell erfassen, ermitteln und im Unsicherheitsbudget zusammenfassen, Beispiele zu: - Säure Base Titration / - HPLC im Einsatz für die Produktionsüberwachung in der Pharmazeutischen Industrie/ - ICP-AES Bleigehalt in Böden
- Fallbeispiele - Messunsicherheit aus Kalibrationsmessungen (Schömer)
  - Eine interaktive Kalibration - Quelle erster Information und Bewertung der Unsicherheit ermittelter Analysengehalte

- Fallbeispiel - Präzision halb-quantitativer Analytik
  - Wie präzise sind Schnelltests, vor-Ort-Analytik u.a. ?
  - Immunoassays: Unsicherheit dient zur Qualifikation von Analysenverfahren, Risiko falscher Analyseergebnisse
- Ausblick - Unsicherheitsangaben in der Kette von Dienstleistungen und Produkten (Schömer)
- FMEA - systematische Fehlererkennung, Prioritäten zur Methodenoptimierung mit Erfolgskontrolle im Projekt.

#### Leitung/Referent(en)

Dr. Stefan Schömer, pro-isomehr, Saarbrücken  
 Dr. Matthias Rösslein, Projektleiter Metrologie in der Chemie, EMPA-St. Gallen  
 Dr. rer. nat. Wolfram Bremser, Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin

#### Termin/Ort

18.10.2006, 09:00 Uhr - 17.00 Uhr  
 19.10.2006, 09:00 Uhr - 16:00 Uhr  
 München, AGORA Business Center Laim GmbH,  
 Landsberger Str. 302

#### Teilnahmegebühr

HDT Mitglieder: € 1120,00 - Nichtmitglieder: € 1190,00  
 einschließlich veranstaltungsgebundener Arbeitsunterlagen  
 sowie Mittagessen und Pausengetränken  
 Kurztitel: Messunsicherheit/Analytik  
 Verant.-Nr.: N-H050-10-212-6

## Ihre Anmeldung

<b>Bitte nennen Sie</b>	Ihren Vor- und Nachnamen, Ihren Titel, Firmen-/Rechnungsanschrift, Ihre Abteilung, Telefon, Fax, e-mail, Veranstd.-Nr., Kurztitel, Datum
per Fax	0201/1803-280
per e-mail	anmeldung@hdt-essen.de
online	www.hdt-essen.de
per Post	Haus der Technik e.V., 45117 Essen
nach Anmeldung	erhalten Sie Anfahrtsbeschreibung und Hotelauswahl

## Veranstaltungen finden Sie unter [www.hdt-essen.de](http://www.hdt-essen.de)

mit komfortabler Suchfunktion nach Termin, Ort, Stichwort

## Ihre Fragen beantworten Ihnen

<b>zentral</b>	Karola Stossun	☎ 0201/1803-1	☎ -269
<b>zur Organisation</b> Themen/Termine, persönl. Info-Mix, Mitgliedschaft	Erika Strenk	☎ 0201/1803-344 ☎ 0201/1803-345 information@hdt-essen.de	☎ -346
<b>fachlich</b>	Dipl.-Ing. Kai Brommann	k.brommann@hdt-essen.de	☎ -251
<b>zur Anmeldung</b>	Nuri Grohnert Luis Carballo	☎ 0201/1803-211 ☎ 0201/1803-212 anmeldung@hdt-essen.de	☎ -280
<b>zur Hotelbuchung</b>	Nuri Grohnert	☎ 0201/1803-322 tss@hdt-essen.de	☎ -276

## Unsere AGB finden Sie im Internet und Programmbuch

Zahlungsweise	per Überweisung oder per Kreditkarte (VISA und MASTERCARD)
Stornierung	kostenlos schriftlich bis 7 Tage vor Veranstaltungsbeginn, danach berechnen wir die volle Gebühr, Sie können einen Ersatzteilnehmer nennen.
Umsatzsteuer	Teilnahmegebühren des HDT e.V. sind gem. § 4 Nr. 22 UStG umsatzsteuerfrei

## Wir erwarten Sie in

<b>München</b>	AGORA Business Center Laim Landsbergerstr. 302, 80687 München
----------------	--