

Morpholin - Methodvalidierung

**Bericht**

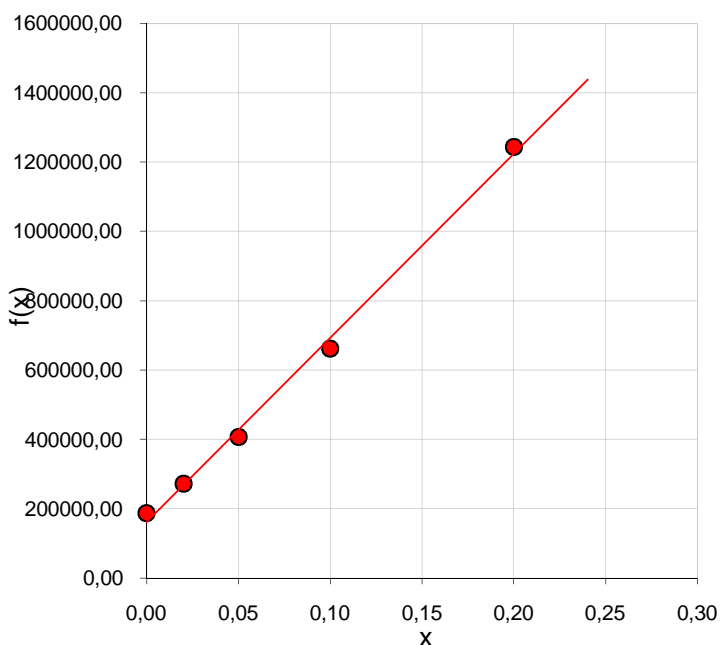
13.10.2010

**Durchführung**

Rohdaten	C:\Analyst Data\Projects\PSM5_1010\2010_10_08\Results
Messdatum	12.10.2010
Operator	
Analyt	Morpholin
Matrix	Äpfel
Analysengerät	API 5000
Bemerkungen	Standardaddition, Übergang 1

**Kalibrationspunkte**

Nr.	Kalibrator	Messwert
1	0,000	186200,000
2	0,020	271466,667
3	0,050	406466,667
4	0,100	662366,667
5	0,200	1244666,667
6		
7		
8		
9		
10		
11		
12		
13		
14		
15		
16		



**Kenndaten**

Steigung a	5323524,033	Anzahl der Messungen n	3
Achsenabschnitt b	160292,555	Reststandardabweichung Sy	28266,942
Korrelationskoeffizient r	0,9983	Verfahrensstandardabweichung Sx	0,005
Ergebnisunsicherheit	33,33 %	Summe der Abweichungsquadrate	0,026
Irrtumswahrscheinlichkeit	1,00 %	Quantile (einseitig)	4,541
		Quantile (zweiseitig)	5,841

**Analytische Grenzwerte nach DIN 32645**

Nachweisgrenze	0,021	
Erfassungsgrenze	0,042	
Bestimmungsgrenze	0,068	(Näherung)
	0,068	(exakt)

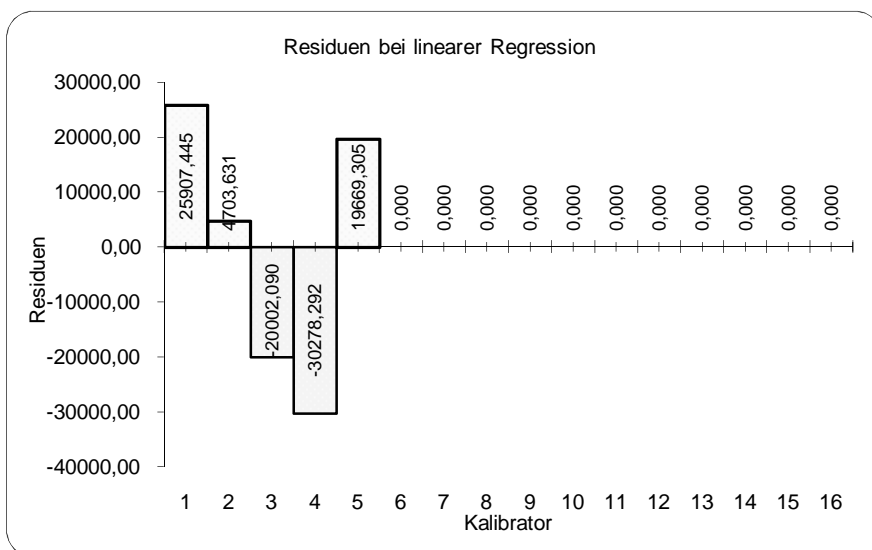
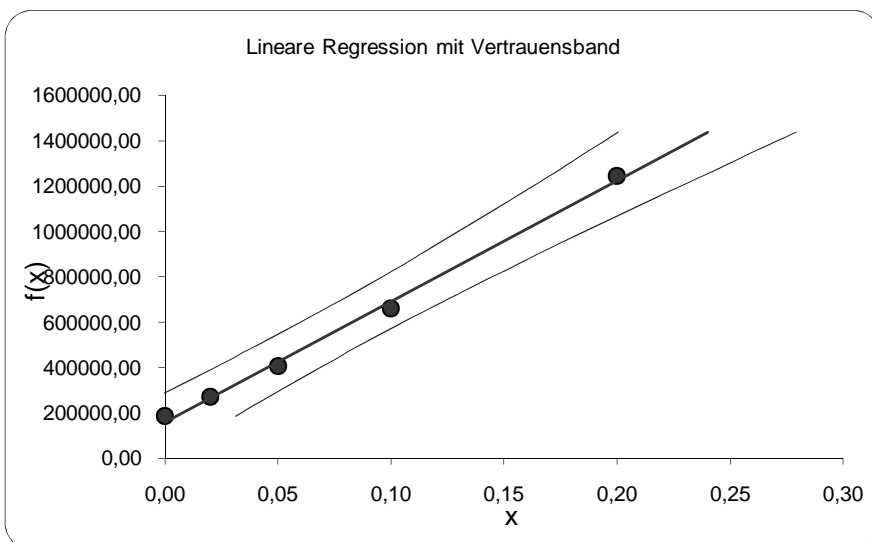
Morpholin - Methodvalidierung

**Linearitätstest**

13.10.2010

**Lineare Regression  $f(x) = a \cdot x + b$**

Steigung a	5323524,033	±	176945,078
Achsenabschnitt b	160292,555	±	18200,416
Korrelationskoeffizient r	0,9983		
x-Mittelwert	0,074		
Summe der Abweichungsquadrate vom Mittelwert	0,026		
Residuen sind normalverteilt (R/s-Test, 99%)	ja		PW=2,29 KW=2,02 - 2,8
Residuen haben einen Trend (Neumann-Test, 99%)	nein		PW=1,52 KW=0,53
Max. Abweichung ist ein Ausreisser (F-Test, 99%)	nein		PW=1,95 KW=98,5
Reststandardabweichung Sy	28266,942		
Verfahrensstandardabweichung Sx	0,005		
Vertrauensbereich von Steigung a	4290003,880	bis	6357044,187
Vertrauensbereich von Achsenabschnitt b	53985,574	bis	266599,536



## Quadratische Regression $f(x) = A \cdot x^2 + B \cdot x + C$

Koeffizient A

5471904,762

Koeffizient B

4204613,853

Koeffizient C

185199,156

Korrelationskoeffizient R

1,0000

Residuen sind normalverteilt (R/s-Test, 99%)

ja

PW=2,66 KW=2,02 - 2,8

Residuen haben einen Trend (Neumann-Test, 99%)

nein

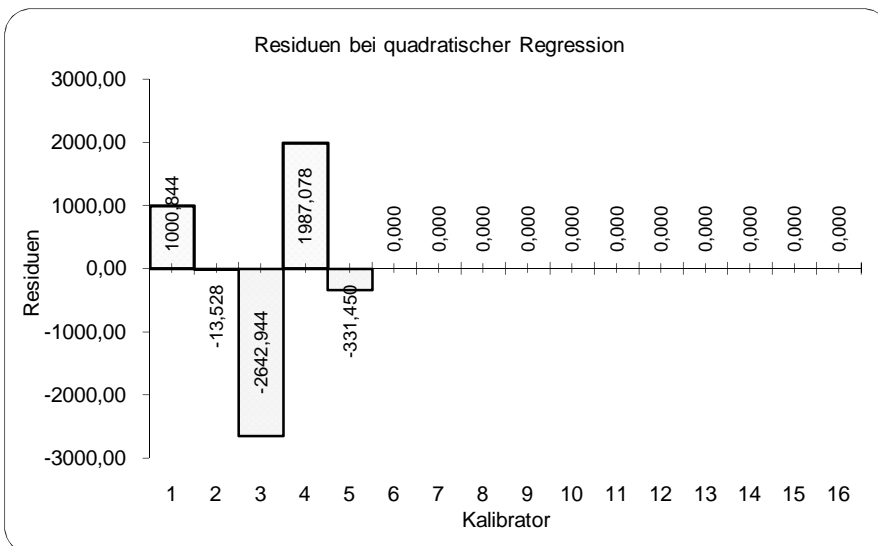
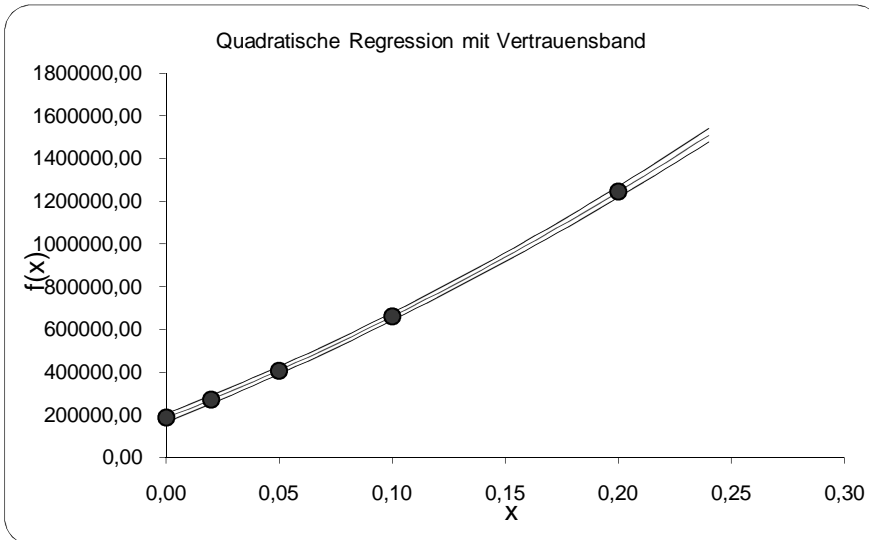
PW=2,88 KW=0,53

Reststandardabweichung SY

2454,115

Verfahrensstandardabweichung SX

0,000



## F-Test nach Mandel

optimales Regressionsmodell ?

quadratisch

PW=396 KW=98,5

lineare Regression vertretbar ?

nein

Dintest

**Bericht** Morpholin - Methodenvalidierung

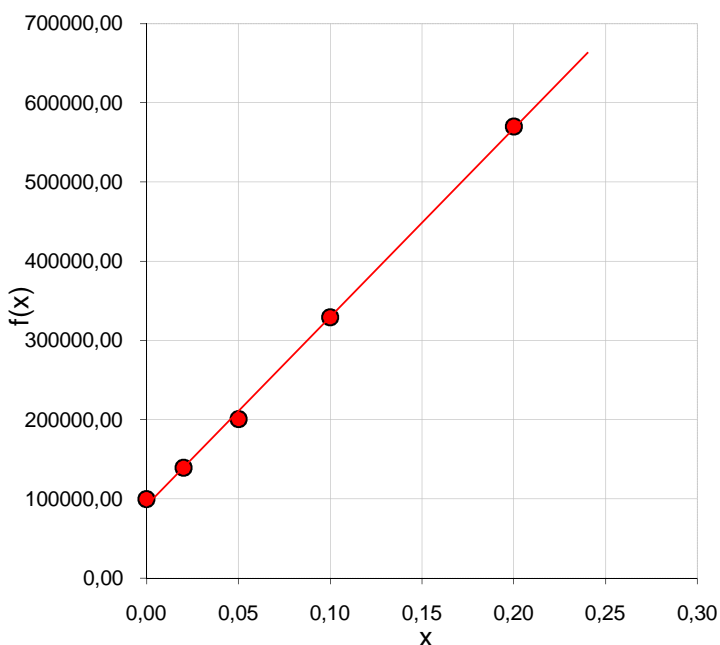
13.10.2010

**Durchführung**

Rohdaten	C:\Analyst Data\Projects\PSM5_1010\2010_10_08\Results
Messdatum	12.10.2010
Operator	
Analyt	Morpholin
Matrix	Äpfel
Analysengerät	API 5000
Bemerkungen	Standardaddition, Übergang 2

**Kalibrationspunkte**

Nr.	Kalibrator	Messwert
1	0,000	99290,000
2	0,020	139000,000
3	0,050	200766,667
4	0,100	329466,667
5	0,200	570133,333
6		
7		
8		
9		
10		
11		
12		
13		
14		
15		
16		



**Kenndaten**

Steigung a	2379744,253	Anzahl der Messungen n	3
Achsenabschnitt b	91630,259	Reststandardabweichung Sy	7355,356
Korrelationskoeffizient r	0,9994	Verfahrensstandardabweichung Sx	0,003
Ergebnisunsicherheit	33,33 %	Summe der Abweichungsquadrate	0,026
Irrtumswahrscheinlichkeit	1,00 %	Quantile (einseitig)	4,541
		Quantile (zweiseitig)	5,841

**Analytische Grenzwerte nach DIN 32645**

Nachweisgrenze	0,012	
Erfassungsgrenze	0,024	
Bestimmungsgrenze	0,042	(Näherung)
	0,041	(exakt)

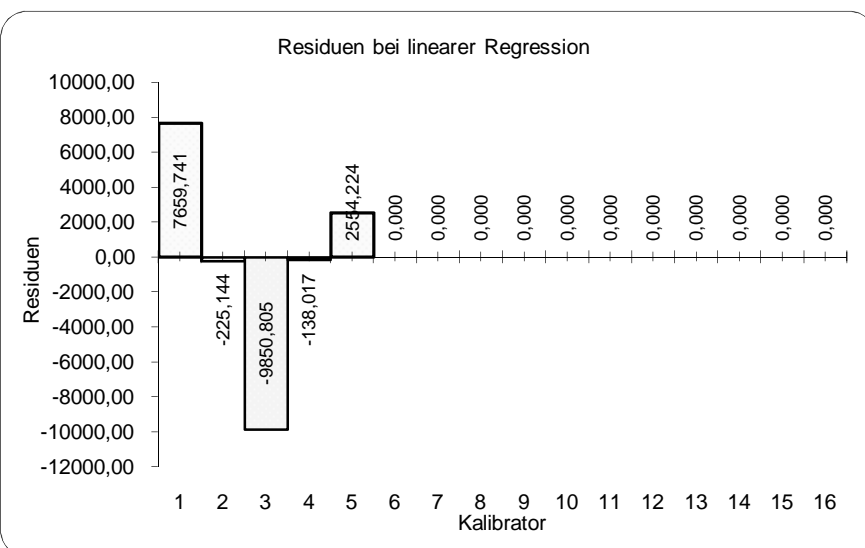
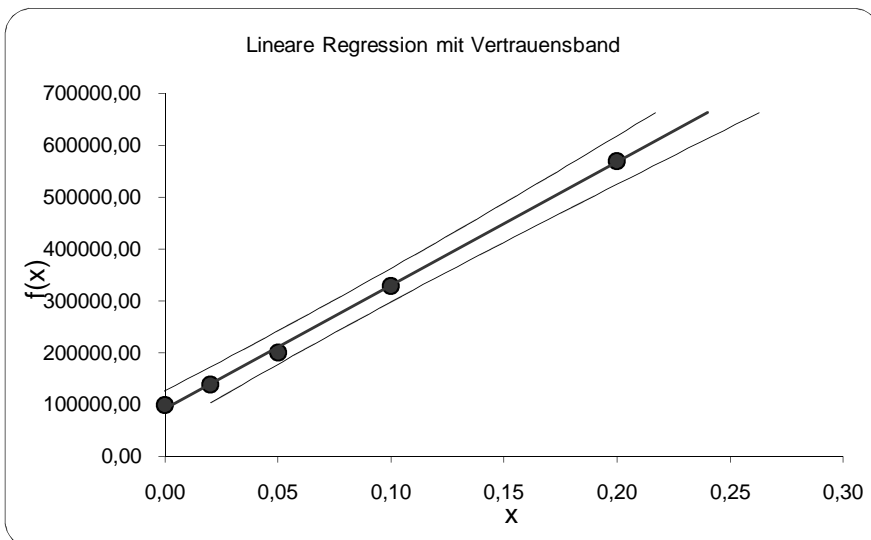
Morpholin - Methodvalidierung

**Linearitätstest**

13.10.2010

**Lineare Regression  $f(x) = a \cdot x + b$**

Steigung a	2379744,253	±	46042,974
Achsenabschnitt b	91630,259	±	4735,940
Korrelationskoeffizient r	0,9994		
x-Mittelwert	0,074		
Summe der Abweichungsquadrate vom Mittelwert	0,026		
Residuen sind normalverteilt (R/s-Test, 99%)	ja		PW=2,74 KW=2,02 - 2,8
Residuen haben einen Trend (Neumann-Test, 99%)	nein		PW=1,57 KW=0,53
Max. Abweichung ist ein Ausreisser (F-Test, 99%)	nein		PW=6,65 KW=98,5
Reststandardabweichung Sy	7355,356		
Verfahrensstandardabweichung Sx	0,003		
Vertrauensbereich von Steigung a	2110811,418	bis	2648677,088
Vertrauensbereich von Achsenabschnitt b	63968,062	bis	119292,455



## Quadratische Regression $f(x) = A \cdot x^2 + B \cdot x + C$

Koeffizient A

955012,987

Koeffizient B

2184460,563

Koeffizient C

95977,214

Korrelationskoeffizient R

0,9997

Residuen sind normalverteilt (R/s-Test, 99%)

ja

PW=2,6 KW=2,02 - 2,8

Residuen haben einen Trend (Neumann-Test, 99%)

nein

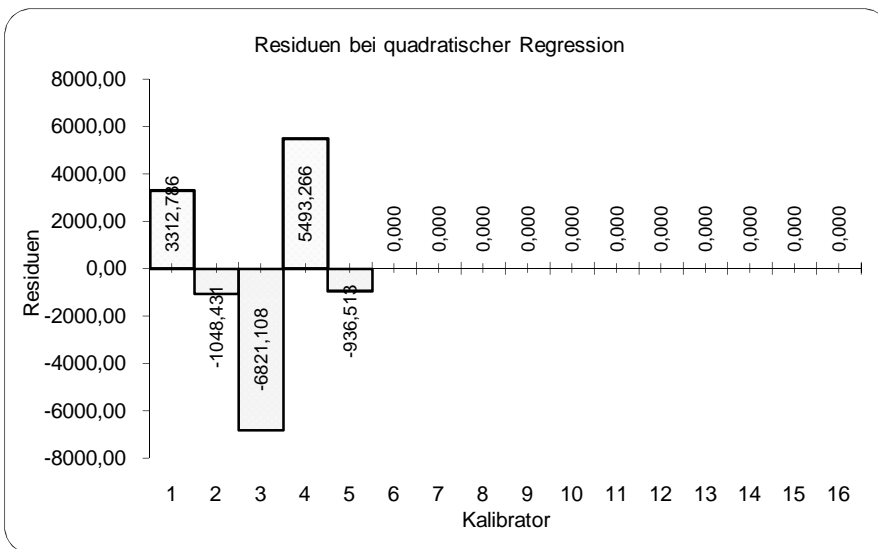
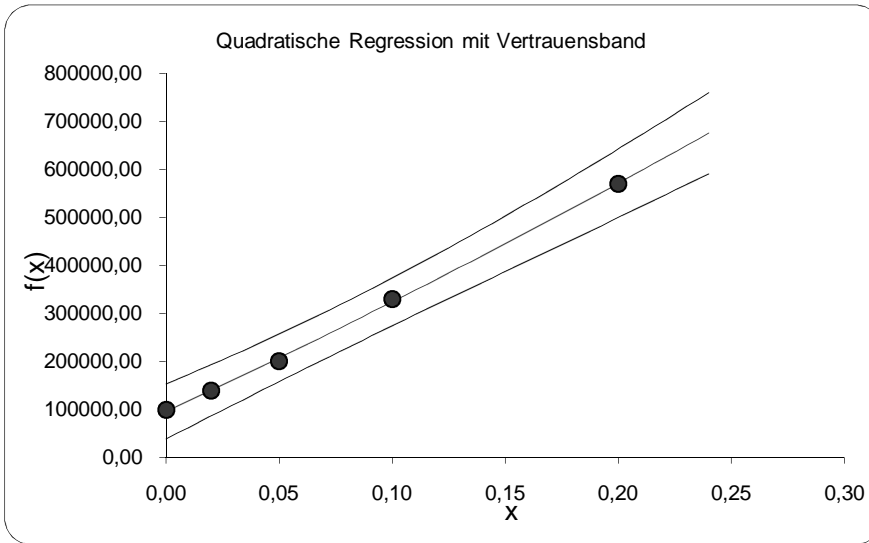
PW=2,73 KW=0,53

Reststandardabweichung SY

6695,308

Verfahrensstandardabweichung SX

0,003



## F-Test nach Mandel

optimales Regressionsmodell ?

linear

PW=1,62 KW=98,5

lineare Regression vertretbar ?

ja

Dintest

**Bericht** Morpholin - Methodenvalidierung

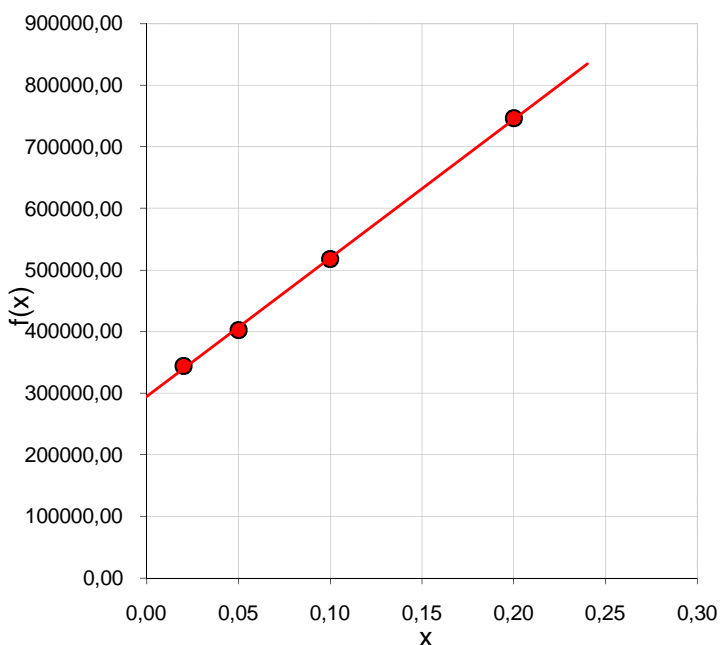
13.10.2010

**Durchführung**

Rohdaten	C:\Analyst Data\Projects\PSM5_1010\2010_10_08\Results
Messdatum	12.10.2010
Operator	
Analyt	Morpholin
Matrix	Äpfel
Analysengerät	API 5000
Bemerkungen	Standardaddition, Übergang 3

**Kalibrationspunkte**

Nr.	Kalibrator	Messwert
1	0,000	346700,000
2	0,020	344333,333
3	0,050	402400,000
4	0,100	517766,667
5	0,200	746466,667
6		
7		
8		
9		
10		
11		
12		
13		
14		
15		
16		



**Kenndaten**

Steigung a	2252329,317	Anzahl der Messungen n	3
Achsenabschnitt b	294401,205	Reststandardabweichung Sy	5061,500
Korrelationskoeffizient r	0,9997	Verfahrensstandardabweichung Sx	0,002
Ergebnisunsicherheit	33,33 %	Summe der Abweichungsquadrate	0,019
Irrtumswahrscheinlichkeit	1,00 %	Quantile (einseitig)	6,965
		Quantile (zweiseitig)	9,925

**Analytische Grenzwerte nach DIN 32645**

Nachweisgrenze	0,016	
Erfassungsgrenze	0,032	
Bestimmungsgrenze	0,056	(Näherung)
	0,054	(exakt)

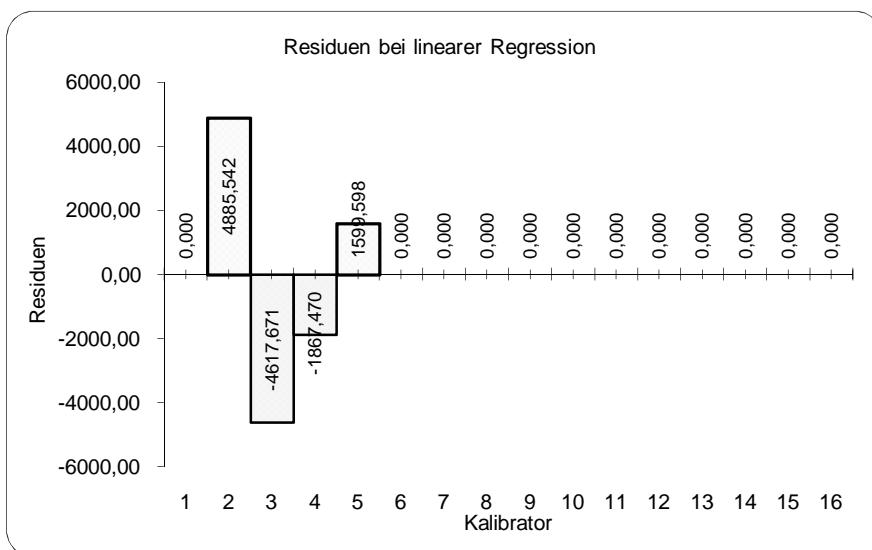
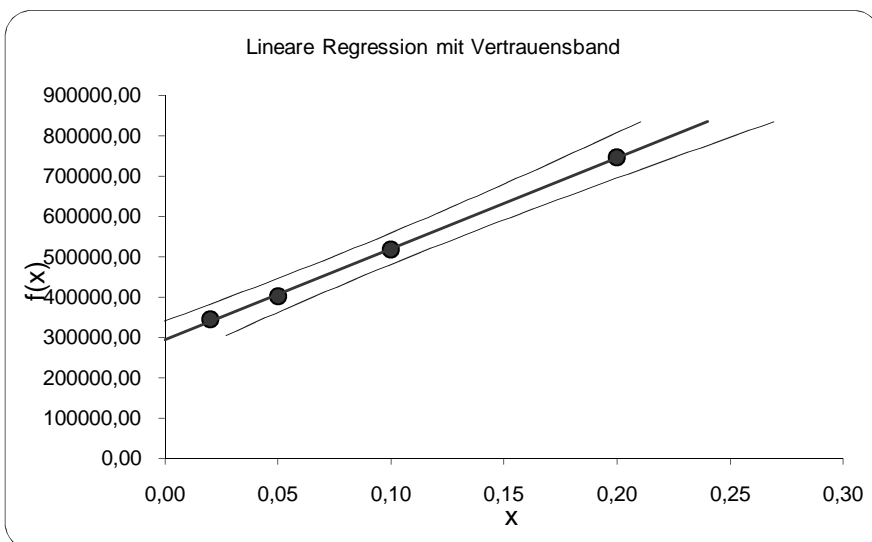
Morpholin - Methodvalidierung

**Linearitätstest**

13.10.2010

**Lineare Regression  $f(x) = a \cdot x + b$**

Steigung a	2252329,317	±	37038,120
Achsenabschnitt b	294401,205	±	4259,384
Korrelationskoeffizient r	0,9997		
x-Mittelwert	0,093		
Summe der Abweichungsquadrate vom Mittelwert	0,019		
Residuen sind normalverteilt (R/s-Test, 99%)	zu wenig Werte		PW=2,29 KW=1,87 - 2,44
Residuen haben einen Trend (Neumann-Test, 99%)	zu wenig Werte		PW=2,14 KW=0,62
Max. Abweichung ist ein Ausreisser (F-Test, 99%)	nein		PW=172,49 KW=4052,18
Reststandardabweichung Sy	5061,500		
Verfahrensstandardabweichung Sx	0,002		
Vertrauensbereich von Steigung a	1884731,786	bis	2619926,849
Vertrauensbereich von Achsenabschnitt b	252127,489	bis	336674,921



## Quadratische Regression $f(x) = A \cdot x^2 + B \cdot x + C$

Koeffizient A

806940,664

Koeffizient B

2069131,101

Koeffizient C

300675,250

Korrelationskoeffizient R

0,9999

Residuen sind normalverteilt (R/s-Test, 99%)

zu wenig Werte

PW=2,14 KW=1,87 - 2,44

Residuen haben einen Trend (Neumann-Test, 99%)

zu wenig Werte

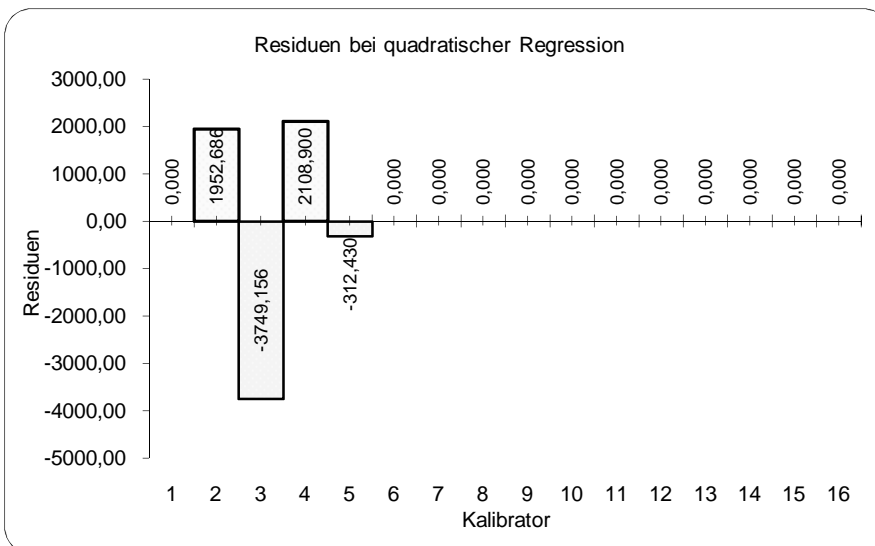
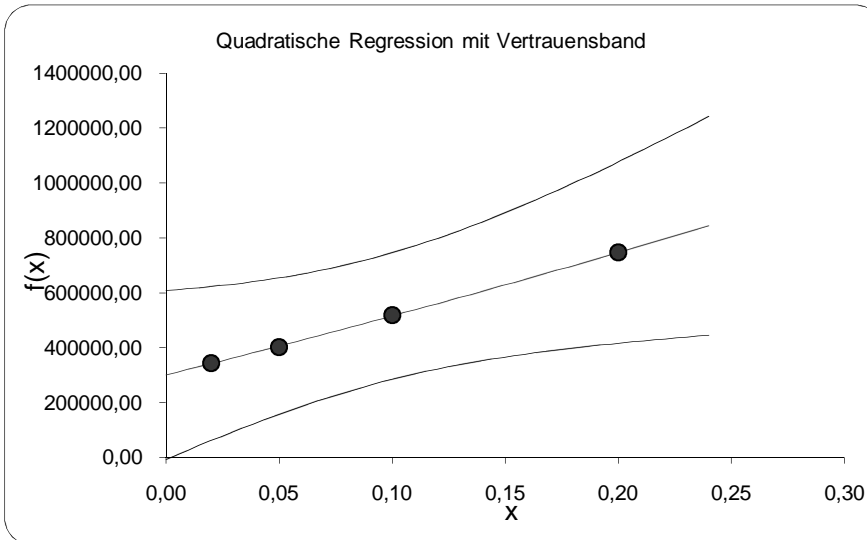
PW=3,24 KW=0,62

Reststandardabweichung SY

4734,367

Verfahrensstandardabweichung SX

0,002



## F-Test nach Mandel

optimales Regressionsmodell ?

linear

PW=1,28 KW=4052,18

lineare Regression vertretbar ?

ja

Dintest

Messung am 12.10.2010						
Messpräzision						
Messung	Gehaltexp [mg/Kg]	Morpholin 1 [counts]	Morpholin 2 [counts]	Gehaltexp [mg/Kg]	Morpholin 1 [counts]	Morpholin 2 [counts]
1	D 0,10	1012000	432200,0	G 1,0	11600000	4989000
2		1058000	463700,0		12340000	5754000
3		1057000	479100,0		12010000	5656000
4		1161000	521900,0		12450000	5915000
5						12540000
Mittelwert		1072000	474225		12188000	5707600
Standardabweichung		54640	32301		344407	407648
Variationskoeffizient	[%]	5,1	6,8	[%]	2,8	7,1
Methodenpräzision						
Messung	Morpholin 1 [counts] [mg/Kg]		Morpholin 2 [counts] [mg/Kg]		1	0,0448
1	199600	0,0448	106100	0,0494	2	0,0426
2	188000	0,0426	96730	0,0455	3	0,0395
3	171000	0,0395	95040	0,0448	4	0,0494
					5	0,0455
					6	0,0448
Mittelwert	186200	0,042	99290	0,047	Mittelwert	0,044
Standardabweichung	11745	0,002	4865	0,002	Standardabweichung	0,003
Variationskoeffizient	6,3	5,1	4,9	4,3	Variationskoeffizient	6,7
Steigung	5445802,549		2415003,416			
Ordinate	-44254,217		-13084,110			

Nummer	Analyt	Datum der Messung	Übergang	Kalibrierpunkte	linear	Steigung	Achsenabschnitt	Korrelation	NG	EG	BG	Reststandardabweichung $s_y$	Verfahrensstandardabweichung $s_x$
						[counts Kg/mg]	[counts]		[mg/Kg]	[mg/Kg]	[mg/Kg]		
1	Morpholin	12.10.2010	1	0,0-0,2 (5Stück)	nein	5323524,033	160292,555	0,9983	0,021	0,042	0,068	28266,942	0,005
2	Morpholin	12.10.2010	2	0,0-0,2 (5Stück)	ja	2379744,253	91630,259	0,9994	0,012	0,024	0,041	7355,356	0,003
3													
4													