DIN CEN/TS 17061:2018-01 (D)

Lebensmittel - Anleitung zur Kalibrierung und quantitativen Bestimmung von Pflanzenschutzmittelrückständen und organischen Kontaminanten mit chromatographischen Verfahren; Deutsche Fassung CEN/TS 17061:2017

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort 4

1 Anwendungsbereich 5

2 Kurzbeschreibung 5

3 Allgemeines 5

4 Durchführung und Berechnung von Kalibrierungen 6
4.1 Allgemeines/Festlegungen 6
4.1.1 Arbeitsbereich 6
4.1.2 Anzahl der Kalibrierpunkte 6
4.1.3 Zulässige Größen zur Bestimmung der Response (Peakflächen oder Peakhöhen bzw. Peakratio) 7
4.1.4 Stabilität der Kalibrierfunktionen 7
4.2 Kalibrierfunktionen 8
4.2.1 Auswahl der geeigneten Kalibrierfunktion 8
4.2.2 Visueller Linearitätstest 8
4.2.3 Mathematische Prüfung auf Linearität 9
4.2.4 Kalibrierung mit Interpolationsfunktionen 9
4.3 Prüfung auf Matrixeffekte 10
4.4 Grundkalibrierung und Kalibrierung mittels externem Standard 10
4.4.1 Die Grundkalibrierung 10
4.4.2 Berechnung über externen Standard bei linearer Kalibrierfunktion ohne signifikanten Ordinatenabschnitt 10
4.4.3 Berechnung über den externen Standard bei linearer Kalibrierfunktion 11
4.4.4 Berechnung über den externen Standard bei quadratischer Kalibrierfunktion 11
4.4.5 Berechnung über den externen Standard mittels nichtlinearer Kalibrierfunktion oder mittels gewichteter Regression 12
4.5 Kalibrierung mittels internem Standard 12
4.5.1 Allgemeines 12
4.5.2 Berechnung über einen internen Korrekturstandard 13
4.5.3 Berechnung über einen stabilisotopen-markierten Standard 14
4.6 Kalibrierung mittels Standardadditionsverfahren 16
4.6.1 Allgemeines 16
4.6.2 Standardaddition zum Endextrakt 17
4.6.3 Standardaddition zur Probe vor der Extraktion 17
4.7 Kalibrierung über das Gesamtverfahren 18
4.8 Kalibrierung bei chemischer Umwandlung des Standards 18

5 Qualitätssicherung 19
5.1 Qualifizierung des chromatographischen Systems 19
5.1.1 Gerätequalifizierung 19
5.1.2 Drift des Kalibrier-Systems 19
5.1.3 Leistungskriterien für die GC- und HPLC-Messungen 19
5.2 Kontrolle der Integrationsergebnisse 19
5.3 Zulässige Blindwerte in Bezug auf die untere Grenze des Arbeitsbereiches 19
5.4 Häufigkeit von Kalibrierungen 20
5.5 Anzahl der zu kalibrierenden Analyten bei Multimethoden 20

5.6 Umgang mit Substanzen mit Mehrfachpeaks **20**
5.7 Qualitätsregelkarte **20**

6 Angabe von Ergebnissen (Einheiten und Anzahl der signifikanten Stellen) **23**

7 Beispiele **23**
7.1 Beispiel 1 — Test auf Varianzinhomogenität **23**
7.2 Beispiel 2 — Auswahl der geeigneten Kalibrierfunktion **24**
7.3 Beispiel 3 — Prüfung auf Matrixeffekte **30**
7.4 Beispiel 4 — Kalibrierung mit externem Standard **31**
7.5 Beispiel 5 — Kalibrierung mit internem Standard **33**
7.6 Beispiel 6 — Berechnung mit stabilisotopen-markiertem Standard **34**
7.7 Beispiel 7 — Standardaddition zum Endextrakt **35**

Literaturhinweise **36**