

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