

DIN CEN/TS 17061:2020-01 (D)

Lebensmittel - Anleitung zur Kalibrierung und quantitativen Bestimmung von Pestizidrückständen und organischen Kontaminanten mit chromatographischen Verfahren; Deutsche Fassung CEN/TS 17061:2019

| Inhalt | Seite |
|---|-------|
| Europäisches Vorwort..... | 4 |
| 1 Anwendungsbereich..... | 5 |
| 2 Normative Verweisungen | 5 |
| 3 Begriffe | 5 |
| 4 Kurzbeschreibung..... | 5 |
| 5 Allgemeines..... | 6 |
| 6 Durchführung und Berechnung von Kalibrierungen..... | 6 |
| 6.1 Allgemeines/Festlegungen..... | 6 |
| 6.1.1 Arbeitsbereich..... | 6 |
| 6.1.2 Anzahl der Kalibrierpunkte..... | 7 |
| 6.1.3 Zulässige Größen zur Bestimmung der Response (Peakflächen oder Peakhöhen bzw. Peakratio)..... | 7 |
| 6.1.4 Stabilität der Kalibrierfunktionen..... | 8 |
| 6.2 Kalibrierfunktionen | 8 |
| 6.2.1 Auswahl der geeigneten Kalibrierfunktion | 8 |
| 6.2.2 Visueller Linearitätstest..... | 9 |
| 6.2.3 Rechnerische Prüfung auf Linearität..... | 10 |
| 6.2.4 Kalibrierung mit Interpolationsfunktionen | 10 |
| 6.3 Prüfung auf Matrixeffekte | 10 |
| 6.4 Grundkalibrierung und Kalibrierung mittels externem Standard | 11 |
| 6.4.1 Die Grundkalibrierung | 11 |
| 6.4.2 Berechnung über externen Standard bei linearer Kalibrierfunktion ohne signifikanten Ordinatenabschnitt..... | 11 |
| 6.4.3 Berechnung über den externen Standard bei linearer Kalibrierfunktion | 11 |
| 6.4.4 Berechnung über den externen Standard bei quadratischer Kalibrierfunktion..... | 12 |
| 6.4.5 Berechnung über den externen Standard mittels nichtlinearer Kalibrierfunktion oder mittels gewichteter Regression | 12 |
| 6.5 Kalibrierung mittels internem Standard..... | 12 |
| 6.5.1 Allgemeines..... | 12 |
| 6.5.2 Berechnung über einen internen Korrekturstandard | 13 |
| 6.5.3 Berechnung über einen stabilisotopen-markierten Standard | 15 |
| 6.6 Kalibrierung mittels Standardadditionsverfahren | 17 |
| 6.6.1 Allgemeines..... | 17 |
| 6.6.2 Standardaddition zum Endextrakt | 17 |
| 6.6.3 Standardaddition zur Probe vor der Extraktion | 18 |
| 6.7 Kalibrierung über das Gesamtverfahren..... | 19 |
| 6.8 Kalibrierung bei chemischer Umwandlung des Standards | 19 |
| 7 Qualitätssicherung..... | 19 |
| 7.1 Qualifizierung des chromatographischen Systems | 19 |
| 7.1.1 Gerätequalifizierung | 19 |
| 7.1.2 Drift des Kalibrier-Systems..... | 19 |
| 7.1.3 Leistungskriterien für GC- und HPLC-Messungen..... | 20 |
| 7.2 Überprüfung der Integrationsergebnisse | 20 |

| | | |
|-----|---|----|
| 7.3 | Zulässige Blindwerte in Bezug auf die untere Grenze des Arbeitsbereiches..... | 20 |
| 7.4 | Häufigkeit von Kalibrierungen | 20 |
| 7.5 | Anzahl der zu kalibrierenden Analyten bei Multimethoden | 21 |
| 7.6 | Umgang mit Substanzen mit Mehrfachpeaks | 21 |
| 7.7 | Qualitätsregelkarte | 21 |
| 8 | Angabe von Ergebnissen (Einheiten und Anzahl der signifikanten Stellen) | 24 |
| 9 | Beispiele..... | 24 |
| 9.1 | Beispiel 1 — Test auf Varianzinhomogenität..... | 24 |
| 9.2 | Beispiel 2 — Auswahl der geeigneten Kalibrierfunktion..... | 25 |
| 9.3 | Beispiel 3 — Prüfung auf Matrixeffekte..... | 31 |
| 9.4 | Beispiel 4 — Kalibrierung mit externem Standard..... | 32 |
| 9.5 | Beispiel 5 — Kalibrierung mit internem Standard | 34 |
| 9.6 | Beispiel 6 — Berechnung mit stabilisotopen-markiertem Standard | 35 |
| 9.7 | Beispiel 7 — Standardaddition zum Endextrakt..... | 36 |
| | Anhang A (informativ) Abkürzungen | 38 |
| | Literaturhinweise | 40 |