

INDICE

		PREMESSA	1
1		SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE	2
2		RIFERIMENTI NORMATIVI	2
3		TERMINI E DEFINIZIONI	2
4		PRINCIPIO	2
5		GENERALITÀ	2
6		ESECUZIONE E CALCOLO DI TARATURE	3
6.1		Generalità/specifiche	3
	figura 1	Definizione della risoluzione dei picchi	4
6.2		Funzioni di taratura	5
	figura 2	Rappresentazione grafica di dati di taratura	6
6.3		Verifica dell'effetto matrice	7
6.4		Taratura di base e taratura per mezzo di standard esterno	7
6.5		Calcolo per mezzo di standard interno	8
6.6		Taratura utilizzando procedimenti di aggiunta dello standard	12
6.7		Taratura del procedimento	13
6.8		Taratura con conversione chimica dello standard	14
7		ASSICURAZIONE QUALITÀ	14
7.1		Qualificazione del sistema cromatografico	14
7.2		Esame dei risultati dell'integrazione	15
7.3		Valori del bianco ammessi in relazione al limite inferiore dell'intervallo di lavoro	15
7.4		Frequenza delle tarature	15
7.5		Numero di analiti da tarare per più metodi	15
7.6		Gestione delle sostanze con più picchi	15
7.7		Carta di controllo della qualità	16
	figura 3	Esempi di carte di controllo	17
8		ESPRESSIONE DEI RISULTATI (UNITÀ DI MISURA, NUMERO DI CIFRE SIGNIFICATIVE)	18
9		ESEMPI	18
9.1		Esempio 1 - Prova per la disomogeneità della varianza	18
	prospetto 1	Prova per la disomogeneità della varianza	18
9.2		Esempio 2 - Selezione della funzione di taratura appropriata	19
	figura 4	Rappresentazione grafica dei residui come funzione della concentrazione x	19
	prospetto 2	Dati per la taratura con una funzione lineare	20
	figura 5	Rappresentazione grafica dei dati misurati e linea di regressione per la taratura lineare	20
	figura 6	Rappresentazione grafica dei residui per la taratura lineare	21
	prospetto 3	Dati per la taratura con una funzione quadratica	22
	figura 7	Rappresentazione grafica dei dati misurati e curva di regressione per la taratura quadratica	22
	figura 8	Rappresentazione grafica dei residui per la taratura quadratica	23
	prospetto 4	Taratura con funzione lineare dopo la riduzione dell'intervallo di lavoro	23
	figura 9	Rappresentazione grafica dei dati misurati e linea di regressione per la taratura lineare con intervallo di lavoro ridotto	24
	figura 10	Rappresentazione grafica dei residui per la taratura lineare con intervallo di lavoro ridotto	24
9.3		Esempio 3 - Prova degli effetti matrice	24

	prospetto	5	Dati per il confronto della funzione di taratura per gli standard in solvente puro con quella per gli standard matrice	25
	figura	11	Confronto delle linee di taratura quando si utilizzano gli standard in solvente e standard in matrice	25
9.4			Esempio 4 - Taratura con standard esterno	25
	prospetto	6	Parametri per le soluzioni di taratura.....	26
	figura	12	Rappresentazione grafica della taratura con standard esterno.....	26
	prospetto	7	Errore dovuto a trascuratezza dell'intercetta	27
9.5			Esempio 5 - Taratura con standard interno.....	27
	prospetto	8	Dati per il rapporto di concentrazione e il rapporto di picco.....	27
	figura	13	Rappresentazione grafica della taratura con standard interno.....	27
9.6			Esempio 6 - Calcolo con standard marcato con isotopi stabili	28
	prospetto	9	Dati di taratura.....	28
	figura	14	Linea di taratura per l'analisi della diluizione isotopica.....	28
9.7			Esempio 7 - Aggiunta dello standard all'estratto finale.....	29
	prospetto	10	Esempio di aggiunta dello standard per un analita con una concentrazione attesa di 0,2 µg/ml	29
	figura	15	Illustrazione schematica dell'aggiunta dello standard.....	29
APPENDICE	A		ABBREVIAZIONI	30
(informativa)				
	prospetto	A.1	Elenco delle abbreviazioni.....	30
			BIBLIOGRAFIA	32

QUESTO DOCUMENTO È UNA PREVIEW. RIPRODUZIONE VIETATA

PREMESSA

Il presente documento (CEN/TS 17061:2019) è stato elaborato dal Comitato Tecnico CEN/TC 275 "Food analysis - Horizontal methods", la cui segreteria è affidata al DIN.

Si richiama l'attenzione alla possibilità che alcuni degli elementi del presente documento possano essere oggetto di brevetti. Il CEN non deve essere ritenuto responsabile di avere citato tali brevetti.

Il presente documento sostituisce il CEN/TS 17061:2017.

Rispetto al CEN/TS 17061:2017, sono state apportate le modifiche seguenti:

- è stata aggiunta l'Appendice A (informativa) contenente un elenco di abbreviazioni;
- il documento è stato rivisto editorialmente;
- l'Appendice A (informativa) contiene un elenco di abbreviazioni.

In conformità alle Regole Comuni CEN/CENELEC, gli enti nazionali di normazione dei seguenti Paesi sono tenuti a recepire la presente norma europea: Austria, Belgio, Bulgaria, Cipro, Croazia, Danimarca, Estonia, Finlandia, Francia, Germania, Grecia, Irlanda, Islanda, Italia, Lettonia, Lituania, Lussemburgo, Malta, Norvegia, Paesi Bassi, Polonia, Portogallo, Regno Unito, Repubblica Ceca, Repubblica di Macedonia del Nord, Romania, Serbia, Slovacchia, Slovenia, Spagna, Svezia, Svizzera, Turchia e Ungheria.

1 SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE

La presente specifica tecnica indica linee guida per l'esecuzione della taratura e della valutazione quantitativa dei procedimenti cromatografici per la determinazione di pesticidi e contaminanti organici nell'analisi dei residui. Inoltre, sono indicati i requisiti essenziali per la taratura.

È necessario condurre la taratura di procedimenti analitici e la valutazione di risultati analitici secondo principi uniformi al fine di consentire un confronto dei risultati analitici (anche da procedimenti analitici diversi). Esse costituiscono la base di qualsiasi metodo di validazione e dell'assicurazione della qualità all'interno dei laboratori [1], [2], [3].

La presente specifica tecnica non prende in considerazione le questioni di identificazione/qualificazione e l'efficacia dell'estrazione.

2 RIFERIMENTI NORMATIVI

Il presente documento non contiene riferimenti normativi.

3 TERMINI E DEFINIZIONI

Nel presente documento non sono elencati termini e definizioni.

Per l'utilizzo in ambito normativo l'ISO e l'IEC dispongono di banche dati terminologiche ai seguenti indirizzi:

- IEC Electropedia: disponibile all'indirizzo <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponibile all'indirizzo <https://www.iso.org/obp>

4 PRINCIPIO

Il presente documento descrive l'approccio per la taratura dei procedimenti cromatografici. I seguenti tipi di taratura sono discussi più in dettaglio:

- taratura esterna con funzione di taratura lineare;
- taratura esterna con funzione di taratura quadratica;
- taratura con standard interno e funzione di taratura lineare;
- taratura con standard interno e funzione di taratura quadratica;
- taratura con standard marcati con isotopi stabili (analisi di diluizione isotopica);
- aggiunta dello standard all'estratto finale;
- aggiunta dello standard al campione.

A tale scopo, la funzione di taratura e i criteri di selezione sono illustrati sulla base di esempi. Le formule di calcolo fanno riferimento all'estratto finale pronto per l'analisi ("soluzione di prova").

La descrizione si conclude con elementi essenziali di assicurazione della qualità, per esempio la qualificazione dei sistemi cromatografici o il carta di controllo della qualità. le carte di controllo qualità.

5 GENERALITÀ

La taratura di un sistema è intesa come la determinazione di una relazione funzionale tra una quantità misurabile e una concentrazione da determinare. Il tipo di taratura scelto dipende dai vari problemi analitici/attività analitiche. Essa è eseguita unitamente alle rispettive serie di misurazione.

La taratura di base è intesa come la determinazione della relazione funzionale quando un'analita è da determinare per la prima volta per mezzo di un particolare sistema di misurazione.