

E DIN EN 18032:2024-02 (D/E)

Erscheinungsdatum: 2024-01-05

Lebensmittel - Schnellmethode zur Bestimmung mehrerer hochpolarer Pestizide und ihrer Metaboliten in Lebensmitteln nach Extraktion mit angesäuertem Methanol und Messung mittels LC- oder IC-MS/MS (QuPPe-Methode); Deutsche und Englische Fassung prEN 18032:2023

Foodstuff - Quick Method for the Analysis of Multiple Highly Polar Pesticides and their Metabolites in Foodstuff Involving Extraction with Acidified Methanol and Measurement by LC- or IC-MS/MS (QuPPe-Method); German and English version prEN 18032:2023

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort.....	8
1 Anwendungsbereich.....	9
2 Normative Verweisungen	9
3 Begriffe	9
4 Kurzbeschreibung.....	9
5 Vorbereitung und Lagerung der Proben.....	10
5.1 Allgemeine Überlegungen	10
5.2 Laborprobe.....	10
5.3 Behandlung der Laborproben vor dem Mahlen	10
5.4 Homogenisierung der Probe.....	11
5.4.1 Allgemeine Überlegungen	11
5.4.2 Vorbereitung der Homogenate von getrockneten Früchten und ähnlichen Lebensmitteln....	11
5.5 Analytische Einwaage	12
6 Durchführung	12
7 Auswertung der Ergebnisse	26
7.1 Identifizierung.....	26
7.2 Kalibrierung und Quantifizierung	26
7.3 Berechnung der Rückstandskonzentrationen.....	27
7.3.1 Berechnung der Rückstandskonzentrationen durch externe Kalibrierung ohne IL-ISs	27
7.3.2 Berechnung der Rückstandskonzentrationen durch externe Kalibrierung mit IL-IS.....	28
7.3.3 Berechnung der Rückstandskonzentration mit dem Standardadditionsverfahren.....	29
7.3.4 Berechnung der Rückstandskonzentrationen bei komplexen Rückstandsdefinitionen.....	30
8 Validität des Verfahrens.....	30
9 Untersuchungsbericht	34
10 Zusätzliche Informationen über die Analyse	34
10.1 Extraktionsdauer.....	34
10.2 Skalierung.....	34
Anhang A (informativ) Beschreibung der Module	35
A.1 Reagenzien	35
A.2 Prüfeinrichtungen und Geräte	43
A.3 Extraktionsmodule (E)	45
A.3.1 Allgemeines	45
A.3.2 Modul E1: Extraktion von 10 g Probe mit ≥ 80 % Feuchtegehalt.....	45

A.3.3	Modul E2: Extraktion von 10 g Probe mit 40 % bis 80 % Feuchtegehalt, nach Zugabe von Wasser	46
A.3.4	Modul E3: Extraktion eines rehydratisierten Homogenats von Proben mit einem ursprünglichen Feuchtegehalt zwischen 15 % und 40 %	47
A.3.5	Modul E4: Honig.....	47
A.3.6	Modul E5a: Extraktion von 2 g oder 5 g Probe mit einem Feuchtegehalt von < 15 % nach Zugabe von 10 ml Wasser	48
A.3.7	Modul E5b: Extraktion von 2 g oder 5 g Probe mit einem Feuchtegehalt von < 15 % nach Zugabe von Wasser, 10 % EDTA und Ameisensäure	49
A.3.8	Modul E6a: Extraktion von 10 g Probe tierischen Ursprungs mit einem Feuchtegehalt von > 30 %, nach Zugabe von Wasser	50
A.3.9	Modul E6b: Extraktion von 10 g Probe tierischen Ursprungs mit einem Feuchtegehalt von > 30 %, nach Zugabe von Wasser, 10 % EDTA und Ameisensäure	51
A.3.10	Modul E7: Extraktion von 5 g fettiger Probe, unterstützt durch mechanische Hilfsmittel	52
A.4	Reinigungsmodule (C)	52
A.4.1	Allgemeines.....	52
A.4.2	Modul C0: Keine Reinigung	52
A.4.3	Modul C1: Ausfrieren zur Ausfällung von schwach löslichen Koextraktivstoffen.....	53
A.4.4	Modul C2: Dispersive SPE mit C18-Sorbent	53
A.4.5	Modul C3a: Ausfällung mit Acetonitril	54
A.4.6	Modul C3b: Ausfällung mit Acetonitril kombiniert mit C18-Sorbent.....	54
A.4.7	Modul C4: Ultrafiltration mit Filtern mit einer Ausschlussgrenze bei 5 kDa oder 10 kDa (wahlfrei).....	54
A.5	Verdünnungsmodule (DL).....	55
A.5.1	Kurzbeschreibung.....	55
A.5.2	Durchführung	55
A.5.3	Berechnung	56
A.6	Messmodule (M)	56
A.6.1	Allgemeines.....	56
A.6.2	Modul M1: LC-MS/MS (HILIC-Säule, ESI, negativer Modus)	56
A.6.3	Modul M2: LC-MS/MS (HILIC-Säule, ESI, positiver Modus)	61
A.6.4	Modul M3: LC-MS/MS (Säule mit porösem Graphit-Kohlenstoff, ESI, negativer Modus)	63
A.6.5	Modul M4: IC-MS/MS (Anionenaustauscher-Säule, ESI, negativer Modus)	65
A.6.6	Modul M5: IC-MS/MS (Kationenaustauscher-Säule, ESI, positiver Modus)	66
A.6.7	MS-Bedingungen: Details und allgemeine Anmerkungen.....	68
A.7	Quantifizierungsmodule (Q).....	83
A.7.1	Modul Q1a: Quantifizierung mittels Kalibrierung, die auf externen Standards in Lösemittel beruht (lösemittelbasiert ohne Verwendung von IL-IS).....	83
A.7.2	Modul Q1b: Quantifizierung mittels Kalibrierung, die auf externen Standards in Lösemittel und IL-IS beruht (lösemittelbasiert mit Verwendung von IL-IS)	83
A.7.3	Modul Q2b: Quantifizierung mittels Kalibrierung, die auf externen Standards in Extrakten von generischen rückstandsfreien Proben und IL-IS beruht (matrixbasierte Kalibrierung mit Verwendung von IL-IS)	84
A.7.4	Modul Q3a: Quantifizierung mittels Kalibrierung, die auf externen Standards in Extrakten rückstandsfreier Proben des gleichen Matrixtyps beruht (matrixangepasste Kalibrierung ohne Verwendung von IL-IS)	85
A.7.5	Modul Q3b: Quantifizierung mittels Kalibrierung, die auf externen Standards in Extrakten rückstandsfreier Proben des gleichen Matrixtyps mit IL-IS beruht (matrixangepasste Kalibrierung mit Verwendung von IL-IS)	86
A.7.6	Modul Q4a: Quantifizierung mittels externer Standards, mit denen Mengen rückstandsfreier Kontrollproben dotiert werden und die das Gesamtverfahren ohne IL-IS durchlaufen (Kalibrierung über das Gesamtverfahren ohne IL-IS).....	86
A.7.7	Modul Q4b: Quantifizierung mittels externer Standards, mit denen Mengen rückstandsfreier Kontrollproben dotiert werden und die das Gesamtverfahren mit IL-IS durchlaufen (Kalibrierung über das Gesamtverfahren mit IL-IS).....	87
A.7.8	Modul Q5: Quantifizierung mittels Standardaddition zum Endextrakt (wahlweise mit IL-IS, falls verfügbar) (Standardadditionen zu Aliquoten des Extrakts).....	88

A.7.9 Modul Q6: Quantifizierung mittels Standardaddition zu einzelnen Einwaagen der Probe (wahlweise mit IL-IS, falls verfügbar) (Standardadditionen zu Einwaagen)	89
Anhang B (normativ) Zusätzliche Angaben	91
Anhang C (informativ) Überblick über „Ergänzende Online-Informationsquellen“	103
Literaturhinweise	104

Tabellen

Tabelle 1 — Getrocknete Früchte/Wassermenge während der Homogenisierung	12
Tabelle 2 — Extraktionsmodule	14
Tabelle 3 — Reinigungsmodule	16
Tabelle 4 — Verdünnungsmodule — Beispiele	16
Tabelle 5 — Messmodule	19
Tabelle 6 — Quantifizierungsmodule	21
Tabelle 7 — Überblick über verfügbare Validierungsdaten, die im Rahmen von Validierungsstudien durch Ringversuche erhalten wurden (erfolgreiche Validierung durch ≥ 3 Laboratorien mit $n = 5$ für 2 Konzentrationen)	30
Tabelle 8 — Überblick über aktuell geltende Höchstgehalte (MRLs) und Vergleich mit den niedrigsten erfolgreich validierten Konzentrationen (LSVLs) im Ringversuch	31
Tabelle A.1 — Beispiele für Konzentrationen von IL-IS-Arbeitslösungen (IL-IS-WSln)	38
Tabelle A.2 — Beispiel eines Pipettierschemas für die Herstellung von Kalibrierstandards:	40
Tabelle A.3 — Beispiel für ein Pipettierschema für Standardadditionen zu Aliquoten des Extrakts	43
Tabelle A.4	57
Tabelle A.5	58
Tabelle A.6	58
Tabelle A.7	59
Tabelle A.8	60
Tabelle A.9	60
Tabelle A.10	61
Tabelle A.11	62
Tabelle A.12	62
Tabelle A.13	63
Tabelle A.14	64

Tabelle A.15	64
Tabelle A.16	65
Tabelle A.17	66
Tabelle A.18	67
Tabelle A.19	67
Tabelle A.20	68
Tabelle A.21	68
Tabelle A.22	69
Tabelle A.23	69
Tabelle A.24	70
Tabelle A.25	70
Tabelle A.26	71
Tabelle A.27	71
Tabelle A.28	71
Tabelle A.29	73
Tabelle A.30	80
Tabelle B.1 — Bevorzugte Kombinationen von E- und C-Modulen für Beispiele von Lebensmitteln	91