

# DIN EN 18032:2025-12 (D)

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 Fassung EN 18032:2025

---

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort . . . . .	5
1 Anwendungsbereich . . . . .	6
2 Normative Verweisungen . . . . .	6
3 Begriffe . . . . .	6
4 Kurzbeschreibung . . . . .	6
5 Vorbereitung und Lagerung der Proben . . . . .	7
5.1 Allgemeine Überlegungen . . . . .	7
5.2 Laborprobe . . . . .	7
5.3 Behandlung der Laborproben vor dem Mahlen . . . . .	7
5.4 Homogenisierung der Probe . . . . .	8
5.4.1 Allgemeine Überlegungen . . . . .	8
5.4.2 Vorbereitung der Homogenate von getrockneten Früchten und ähnlichen Lebensmitteln . . . . .	8
5.5 Analytische Einwaage . . . . .	9
6 Durchführung . . . . .	9
7 Auswertung der Ergebnisse . . . . .	23
7.1 Identifizierung . . . . .	23
7.2 Kalibrierung und Quantifizierung . . . . .	23
7.3 Berechnung der Rückstandsgehalte . . . . .	24
7.3.1 Berechnung der Rückstandskonzentrationen durch externe Kalibrierung ohne IL-ISs . . . . .	24
7.3.2 Berechnung der Rückstandskonzentrationen durch externe Kalibrierung mit IL-IS . . . . .	25
7.3.3 Berechnung der Rückstandskonzentration mit dem Ansatz der Standardadditionen . . . . .	26
7.3.4 Berechnung der Rückstandsgehalte bei komplexen Rückstandsdefinitionen . . . . .	26
8 Validität des Verfahrens . . . . .	27
9 Untersuchungsbericht . . . . .	31
10 Zusätzliche Informationen über die Analyse . . . . .	31
10.1 Extraktionsdauer . . . . .	31
10.2 Skalierung . . . . .	32
Anhang A (informativ) Beschreibung der Module . . . . .	33
A.1 Reagenzien . . . . .	33
A.2 Prüfeinrichtungen und Geräte . . . . .	41
A.3 Extraktionsmodule (E) . . . . .	43
A.3.1 Allgemeines . . . . .	43
A.3.2 Modul E1: Extraktion von 10 g Probe mit $\geq 80\%$ Feuchtegehalt . . . . .	43
A.3.3 Modul E2: Extraktion von 10 g Probe mit 40 % bis 80 % Feuchtegehalt, nach Zugabe von Wasser . . . . .	44
A.3.4 Modul E3: Extraktion eines rehydratisierten Homogenats von Proben mit einem ursprünglichen Feuchtegehalt zwischen 15 % und 40 % . . . . .	45
A.3.5 Modul E4: Honig . . . . .	45
A.3.6 Modul E5a: Extraktion von 2 g oder 5 g Probe mit einem Feuchtegehalt von $< 15\%$ nach Zugabe von 10 ml Wasser . . . . .	46
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 . . . . .	47
A.3.8 Modul E6a: Extraktion von 10 g Probe tierischen Ursprungs mit einem Feuchtegehalt von $> 30\%$ , nach Zugabe von Wasser . . . . .	48
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 . . . . .	48
A.3.10 Modul E7: Extraktion von 5 g fettiger Probe, unterstützt durch mechanische Hilfsmittel . . . . .	49
A.4 Reinigungsmodule (C) . . . . .	50

A.4.1	Allgemeines	50
A.4.2	Modul C0: Keine Reinigung	50
A.4.3	Modul C1: Ausfrieren zur Ausfällung von schwach löslichen Koextraktivstoffen	50
A.4.4	Modul C2: Dispersive SPE mit C18-Sorbent	51
A.4.5	Modul C3a: Ausfällung mit Acetonitril	51
A.4.6	Modul C3b: Ausfällung mit Acetonitril kombiniert mit C18-Sorbent	52
A.4.7	Modul C4: Ultrafiltration mit Filtern mit einer Ausschlussgrenze bei 5 kDa oder 10 kDa (wahlfrei)	52
A.5	Verdünnungsmodule (DL)	52
A.5.1	Kurzbeschreibung	52
A.5.2	Durchführung	53
A.5.3	Berechnung	53
A.6	Messmodule (M)	53
A.6.1	Allgemeines	53
A.6.2	Modul M1: LC-MS/MS (HILIC-Säule, ESI, negativer Modus)	54
A.6.3	Modul M2: LC-MS/MS (HILIC-Säule, ESI, positiver Modus)	58
A.6.4	Modul M3: LC-MS/MS (Säule mit porösem Graphit-Kohlenstoff, ESI, negativer Modus)	60
A.6.5	Modul M4: IC-MS/MS (Anionenaustauscher-Säule, ESI, negativer Modus)	62
A.6.6	Modul M5: IC-MS/MS (Kationenaustauscher-Säule, ESI, positiver Modus)	63
A.6.7	MS-Bedingungen: Details und allgemeine Anmerkungen	64
A.7	Quantifizierungsmodule (Q)	78
A.7.1	Modul Q1a: Quantifizierung mittels Kalibrierung, die auf externen Standards in Lösemittel beruht (lösemittelbasiert ohne Verwendung von IL-IS)	78
A.7.2	Modul Q1b: Quantifizierung mittels Kalibrierung, die auf externen Standards in Lösemittel und IL-IS beruht (lösemittelbasiert mit Verwendung von IL-IS)	78
A.7.3	Modul Q2a: Quantifizierung mittels Kalibrierung, die auf externen Standards in Extrakten generischer rückstandsfreier Proben beruht (matrixbasierte Kalibrierung ohne Verwendung von IL-IS)	79
A.7.4	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)	80
A.7.5	Modul Q3a: Quantifizierung mittels Kalibrierung, die auf externen Standards in Extrakten rückstandsfreier Proben des gleichen Matrixtyps beruht (matrixangepasste Kalibrierung ohne Verwendung von IL-IS)	81
A.7.6	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)	81
A.7.7	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)	82
A.7.8	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)	83
A.7.9	Modul Q5: Quantifizierung mittels Standardaddition zum Endextrakt (wahlweise mit IL-IS, falls verfügbar) (Standardadditionen zu Aliquoten des Extrakts)	83
A.7.10	Modul Q6: Quantifizierung mittels Standardaddition zu einzelnen Einwaagen der Probe (wahlweise mit IL-IS, falls verfügbar) (Standardadditionen zu Einwaagen)	85
Anhang B (normativ)	Zusätzliche Angaben	86
Anhang C (informativ)	Ergänzende Informationen zum Verfahren	100
Anhang D (informativ)	Abkürzungen und Symbole	101
Literaturhinweise		103

## Tabellen

Tabelle 1	— Verhältnis Getrocknete Früchte/Wassermenge während der Homogenisierung	9
Tabelle 2	— Extraktionsmodule	10
Tabelle 3	— Reinigungsmodule	12
Tabelle 4	— Verdünnungsmodule — Beispiele	13

<b>Tabelle 5 — Messmodule</b> . . . . .	<b>14</b>
<b>Tabelle 6 — Quantifizierungsmodule</b> . . . . .	<b>16</b>
<b>Tabelle 7 — Überblick über verfügbare Validierungsdaten, die im Rahmen von Validierungsstudien durch Ringversuche erhalten wurden (erfolgreiche Validierung durch <math>\geq 3</math> Laboren mit <math>n = 5</math> für 2 Konzentrationen)</b> . . . . .	<b>28</b>
<b>Tabelle 8 — Überblick über aktuell geltende Höchstgehalte (MRLs) für Lebensmittel pflanzlichen Ursprungs und Vergleich mit den niedrigsten erfolgreich validierten Konzentrationen (LSVLs) im Rahmen der Ringversuchsstudie per DATUM [11]</b> . . . . .	<b>29</b>
<b>Tabelle 9 — Überblick über aktuell geltende Höchstgehalte (MRLs) für Lebensmittel tierischen Ursprungs und Vergleich mit den niedrigsten erfolgreich validierten Konzentrationen (LSVLs) im Rahmen der Ringversuchsstudie, per [11]</b> . . . . .	<b>30</b>
<b>Tabelle A.1 — Beispiele für Konzentrationen von IL-IS-Arbeitslösungen (IL-IS-WSln)</b> . . . . .	<b>36</b>
<b>Tabelle A.2 — Beispiel eines Pipettierschemas für die Herstellung von Kalibrierstandards</b> . . . . .	<b>38</b>
<b>Tabelle A.3 — Beispiel für ein Pipettierschema für Standardadditionen zu Aliquoten des Extrakts</b>	<b>41</b>
<b>Tabelle A.4</b> . . . . .	<b>54</b>
<b>Tabelle A.5</b> . . . . .	<b>55</b>
<b>Tabelle A.6</b> . . . . .	<b>56</b>
<b>Tabelle A.7</b> . . . . .	<b>56</b>
<b>Tabelle A.8</b> . . . . .	<b>57</b>
<b>Tabelle A.9</b> . . . . .	<b>57</b>
<b>Tabelle A.10</b> . . . . .	<b>58</b>
<b>Tabelle A.11</b> . . . . .	<b>59</b>
<b>Tabelle A.12</b> . . . . .	<b>59</b>
<b>Tabelle A.13</b> . . . . .	<b>60</b>
<b>Tabelle A.14</b> . . . . .	<b>61</b>
<b>Tabelle A.15</b> . . . . .	<b>61</b>
<b>Tabelle A.16</b> . . . . .	<b>62</b>
<b>Tabelle A.17</b> . . . . .	<b>63</b>
<b>Tabelle A.18</b> . . . . .	<b>64</b>
<b>Tabelle A.19</b> . . . . .	<b>64</b>
<b>Tabelle A.20</b> . . . . .	<b>65</b>
<b>Tabelle A.21</b> . . . . .	<b>65</b>
<b>Tabelle A.22</b> . . . . .	<b>65</b>
<b>Tabelle A.23</b> . . . . .	<b>66</b>
<b>Tabelle A.24</b> . . . . .	<b>66</b>
<b>Tabelle A.25</b> . . . . .	<b>67</b>
<b>Tabelle A.26</b> . . . . .	<b>67</b>
<b>Tabelle A.27</b> . . . . .	<b>68</b>
<b>Tabelle A.28</b> . . . . .	<b>68</b>
<b>Tabelle A.29</b> . . . . .	<b>69</b>
<b>Tabelle A.30</b> . . . . .	<b>75</b>
<b>Tabelle B.1 — Bevorzugte Kombinationen von E- und C-Modulen für Beispiele von Lebensmitteln</b>	<b>86</b>
<b>Tabelle D.1 — Liste der Abkürzungen und Symbole</b> . . . . .	<b>101</b>