

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

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