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

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 ≥ 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**