

DIN CEN/TS 17743



ICS 67.050

**Lebensmittel –
Bestimmung von Pestizidrückständen mit Ethylacetatextraktion
durch GC- und LC-MS/MS (SweEt);
Deutsche Fassung CEN/TS 17743:2022**

Foodstuff –

Determination of pesticide residues by ethyl acetate extraction using GC- and LC-MS/MS (SweEt);

German version CEN/TS 17743:2022

Produits alimentaires –

Dosage des résidus de pesticides par extraction à l'acétate d'éthyle par GC- et LC-MS/MS (SweEt);

Version allemande CEN/TS 17743:2022

Gesamtumfang 19 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (CEN/TS 17743:2022) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 275 „Lebensmittelanalytik – Horizontale Verfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-01-08 AA „Pestizide“ im DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL).

Technische Spezifikationen sind nicht Bestandteil des Deutschen Normenwerks.

Eine Technische Spezifikation ist das Ergebnis einer Normungsarbeit, das wegen bestimmter Vorbehalte zum Inhalt oder wegen des gegenüber einer Norm abweichenden Aufstellungsverfahrens von DIN noch nicht als Norm herausgegeben wird.

Erfahrungen mit dieser Technischen Spezifikation sind erbeten:

- vorzugsweise als Datei per E-Mail an nal@dingruppe.net in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss NAL, 10772 Berlin.

Dieses Dokument enthält neben den gesetzlichen Einheiten auch die Einheit psi, die in Deutschland nicht zugelassen ist. Es wird ausdrücklich darauf hingewiesen, dass die Anwendung dieser Einheit im nationalen amtlichen und geschäftlichen Verkehr auf Grund des Gesetzes über Einheiten im Messwesen und die Zeitbestimmung (EinhZeitG) nicht zulässig ist. Die Angabe dieser Einheit dient lediglich als Hilfe im amtlichen und geschäftlichen Verkehr (z. B. bei Einfuhr und Ausfuhr) mit solchen Staaten, die diese Einheit anwenden.

Umrechnung:

Nicht zugelassene Einheit	Zugelassene Einheit	Umrechnung
psi	Pa	1 psi = 6 894,757 Pa

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Deutsche Fassung

Lebensmittel —
Bestimmung von Pestizidrückständen mit
Ethylacetatextraktion durch GC- und LC-MS/MS (SweEt)

Foodstuff —
Determination of pesticide residues by ethyl acetate
extraction using GC- and LC-MS/MS (SweEt)

Produits alimentaires —
Dosage des résidus de pesticides par extraction à
l'acétate d'éthyle par GC- et LC-MS/MS (SweEt)

Diese Technische Spezifikation (CEN/TS) wurde vom CEN am 7. Februar 2022 als eine künftige Norm zur vorläufigen Anwendung angenommen.

Die Gültigkeitsdauer dieser CEN/TS ist zunächst auf drei Jahre begrenzt. Nach zwei Jahren werden die Mitglieder des CEN gebeten, ihre Stellungnahmen abzugeben, insbesondere über die Frage, ob die CEN/TS in eine Europäische Norm umgewandelt werden kann.

Die CEN Mitglieder sind verpflichtet, das Vorhandensein dieser CEN/TS in der gleichen Weise wie bei einer EN anzukündigen und die CEN/TS verfügbar zu machen. Es ist zulässig, entgegenstehende nationale Normen bis zur Entscheidung über eine mögliche Umwandlung der CEN/TS in eine EN (parallel zur CEN/TS) beizubehalten.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort.....	3
1 Anwendungsbereich.....	4
2 Normative Verweisungen.....	4
3 Begriffe.....	4
4 Kurzbeschreibung.....	4
5 Reagenzien.....	5
6 Geräte.....	7
7 Durchführung.....	8
7.1 Probenvorbereitung.....	8
7.1.1 Obst und Gemüse.....	8
7.1.2 Getreide.....	8
7.1.3 Erzeugnisse tierischen Ursprungs mit einem Fett-/Ölgehalt $\leq 10\%$	9
7.1.4 Lebensmittel mit einem Fett-/Ölgehalt $> 10\%$	9
7.2 Aufreinigung mittels Gelpermeationschromatographie.....	9
7.2.1 Packen der Gelpermeationssäule.....	9
7.2.2 Überprüfung der Elutionsvolumina.....	10
7.3 Aufreinigung von Rohextrakten.....	10
7.4 Bestimmung von Fett/Öl.....	10
8 Auswertung der Ergebnisse.....	11
8.1 Identifizierung und Quantifizierung.....	11
8.2 Berechnung der Rückstandskonzentration.....	11
8.2.1 Kalibrierkurve.....	11
8.2.2 Einpunktkalibrierung.....	11
8.2.3 Methode der Standardaddition.....	11
9 Präzision.....	12
10 Untersuchungsbericht.....	12
Anhang A (informativ) Untersuchungsbedingungen.....	13
A.1 Betriebsbedingungen für die Analyse mittels LC-MS/MS (ESI+ /ESI-).....	13
A.2 Betriebsbedingungen für die Analyse mittels GC-MS/MS.....	14
Literaturhinweise.....	17

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (CEN/TS 17743:2022) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 275 „Lebensmittelanalytik – Horizontale Verfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

WARNUNG — Die Anwendung dieser Technischen Spezifikation kann die Verwendung gefährlicher Substanzen, Arbeitsgänge und Geräte einschließen. Diese Technische Spezifikation erhebt nicht den Anspruch, dass alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme angesprochen werden. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Technischen Spezifikation, geeignete Vorkehrungen für den Arbeits- und Gesundheitsschutz zu treffen und vor der Anwendung festzulegen, welche einschränkenden Vorschriften gelten.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Technische Spezifikation anzukündigen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Analyse von Pestizidrückständen in Lebensmitteln pflanzlichen und tierischen Ursprungs mittels Ethylacetatextraktion unter Verwendung von GC- und LC-MS/MS (SweEt) fest.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

CEN/TS 17061:2019, *Lebensmittel — Anleitung zur Kalibrierung und quantitativen Bestimmung von Pestizidrückständen und organischen Kontaminanten mit chromatographischen Verfahren*

3 Begriffe

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

4 Kurzbeschreibung

Das Verfahren basiert auf der Extraktion mit Ethylacetat und der anschließenden Bestimmung mittels Flüssigchromatographie (LC, en: liquid chromatography) und Gaschromatographie (GC). Bei Obst, Gemüse und Getreide mit geringem Fett-/Ölgehalt oder Honig ist keine Aufreinigung erforderlich. Bei Lebensmitteln mit hohem Fett-/Ölgehalt hingegen wird Ethylacetat/Cyclohexan zur Extraktion verwendet. Zudem ist ein Aufreinigungsschritt mittels Gelpermeationschromatographie (GPC) erforderlich. Erzeugnisse tierischen Ursprungs mit geringem Fett-/Ölgehalt werden mit Ethylacetat extrahiert und anschließend mit primärem, sekundärem Aminosorbens (PSA) und C18¹ als Sorbentien aufgereinigt. Zur Extraktion von Getreide wird angesäuertes Ethylacetat verwendet, wodurch die Analyse von sauren Pestiziden wie etwa Phenoxysäuren möglich ist.

Obst und Gemüse mit geringem Fett-/Ölgehalt und Honig: Die homogene Probe wird nach Zugabe von NaHCO₃ mit Ethylacetat extrahiert. Nach der Extraktion wird Na₂SO₄ zugegeben, um Wasser zu entfernen. Der Probenextrakt wird vor der Injektion in die GC-MS/MS und LC-MS/MS zentrifugiert und gefiltert.

Getreide: Die gemahlene Probe wird nach Zugabe von Wasser mit angesäuertem Ethylacetat (5.21) extrahiert. Nach der Extraktion wird Na₂SO₄ zugegeben, um Wasser zu entfernen. Der Probenextrakt wird vor der Injektion in die GC-MS/MS und LC-MS/MS zentrifugiert und gefiltert.

1 Octadecyl-Silyl-chemisches gebundenes Kieselgel.