

DIN EN 12393-3



ICS 67.050

Ersatz für
DIN EN 12393-3:2009-02

**Pflanzliche Lebensmittel –
Multiverfahren zur Bestimmung von Pestizidrückständen mit GC oder
LC-MS/MS –
Teil 3: Verfahren zur Bestimmung und Absicherung;
Deutsche Fassung EN 12393-3:2013**

Foods of plant origin –
Multiresidue methods for the determination of pesticide residues by GC or LC-MS/MS –
Part 3: Determination and confirmatory tests;
German version EN 12393-3:2013

Aliments d'origine végétale –
Méthodes multirésidus de détermination de résidus de pesticides par CPG ou
CL-SM/SM –
Partie 3: Détermination et essais de confirmation;
Version allemande EN 12393-3:2013

Gesamtumfang 22 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 12393-3:2013) wurde vom CEN/TC 275 „Lebensmittelanalytik – Horizontale Verfahren“ (Sekretariat: DIN, Deutschland) nach eingehenden Vorarbeiten der Arbeitsgruppe 4 „Pestizide in pflanzlichen Lebensmitteln“ (Sekretariat: DIN, Deutschland) erarbeitet.

Deutsche Experten aus dem Arbeitsausschuss NA 057-01-08 AA „Pestizide“ des Normenausschusses „Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte“ (NAL) haben maßgeblich an diesem Papier mitgewirkt.

Alle in den Beispielen verwendeten Begriffe der Einstellungen am LC-MS/MS-Gerät sind herstellerspezifisch und werden in der englischen Sprache, die in der üblichen Gerätebeschreibung benutzt wird, wiedergegeben.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 12393-3:2009-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Verfahren L: Extraktion mit Aceton, Flüssig/flüssig-Verteilung mit Dichlormethan und Reinigung an einer Kieselgel/Aktivkohle-Säule wurde aus der Norm gestrichen;
- b) die Verfahren N und P erlauben nun auch die Trennung der Analyten mit Flüssig-Flüssigchromatographie mit MS/MS-Detektion;
- c) der Anwendungsbereich des Verfahrens N ist bezüglich der Anzahl der Pestizide und ihrer Validierungsdaten erweitert worden;
- d) der ursprüngliche Anhang B mit Betrachtungen bezüglich der Bestätigung mit MS wurde gestrichen und durch einen neuen Anhang B mit geeigneten Bedingungen für die GC-MS/MS ersetzt;
- e) ein neuer Anhang C mit üblichen Bedingungen für die LC-MS/MS wurde eingefügt;
- f) die Norm wurde bezüglich Verweise etc. redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN EN 12393-3: 1998-12, 2009-02

Deutsche Fassung

Pflanzliche Lebensmittel - Multiverfahren zur Bestimmung von
Pestizidrückständen mit GC oder LC-MS/MS - Teil 3: Verfahren
zur Bestimmung und Absicherung

Foods of plant origin - Multiresidue methods for the
determination of pesticide residues by GC or LC-MS/MS -
Part 3: Determination and confirmatory tests

Aliments d'origine végétale - Méthodes multirésidus de
détermination de résidus de pesticides par CPG ou CL-
SM/SM - Partie 3: Détermination et essais de confirmation

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 21. September 2013 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum des CEN-CENELEC oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, 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: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt	Seite
Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen.....	5
3 Allgemeines.....	5
4 Bestimmung	5
5 Absicherungsverfahren	8
Anhang A (informativ) Übliche GC Arbeitsbedingungen	10
Anhang B (informativ) Übliche GC-MS/MS-Arbeitsbedingungen	12
Anhang C (informativ) Übliche LC Arbeitsbedingungen	16
Literaturhinweise	20

Vorwort

Dieses Dokument (EN 12393-3:2013) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 275 „Lebensmittelanalytik - Horizontale Verfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Mai 2014, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Mai 2014 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN 12393-3:2008 mit den folgenden wichtigen Änderungen:

- a) Einführung der LC-MS/MS als empfohlene Technik zur Bestimmung von Pestizidrückständen;
- b) Streichung des Verfahrens L, da nicht länger in Verwendung;
- c) Streichung des Anhangs B mit Betrachtungen bezüglich der Bestätigung mit MS;
- d) Einführung eines neuen Anhangs B mit geeigneten Bedingungen für die GC-MS/MS;
- e) Einführung eines neuen Anhangs C mit üblichen Bedingungen für die LC-MS/MS.

EN 12393 *Pflanzliche Lebensmittel — Multiverfahren zur Bestimmung von Pestizidrückständen mit GC und LC-MS/MS* besteht aus drei Teilen:

- *Teil 1: "Allgemeines" enthält allgemeine Hinweise zu Chemikalien, Geräten, Gaschromatographie usw. bei jedem der ausgewählten Verfahren*
- *Teil 2: "Verfahren zur Extraktion und Reinigung" enthält die Verfahren M, N und P zur Extraktion und zur Reinigung zur Flüssig/flüssig-Verteilung, Adsorptions-Säulenchromatographie oder Gelpermeations-Chromatographie usw.*
- *Teil 3: "Verfahren zur Bestimmung und Absicherung" enthält einige empfohlene Techniken zur qualitativen und quantitativen Ermittlung der Rückstände und Absicherung der Ergebnisse*

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

Einleitung

Diese Europäische Norm umfasst eine Reihe von Verfahren von gleicher Bedeutung: Kein einzelnes Verfahren kann als vorrangig angesehen werden, weil sich die Verfahren auf diesem Gebiet stetig weiterentwickeln. Die für diese Europäische Norm ausgewählten Verfahren sind in Ringversuchen erfolgreich geprüft worden und/oder werden in ganz Europa weithin angewandt.

Diese Verfahren, die unterschiedliche Arbeitsweisen zur Bestimmung vorsehen, können für besonders viele Pestizide und Lebensmittel angewendet werden [1]. Deshalb ist es in bestimmten Fällen angebracht, von den beschriebenen Geräten und Bedingungen zur Extraktion, Reinigung und Chromatographie abzuweichen, um bessere Ergebnisse zu erhalten, siehe Abschnitt 3.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm gibt Leitlinien für einige Techniken zur Ermittlung der Pestizidrückstände in pflanzlichen Lebensmitteln und Absicherung der Ergebnisse.

Die Identität jedes gefundenen Pestizid-Rückstandes wird insbesondere dann bestätigt, wenn der Rückstandshöchstgehalt anscheinend überschritten ist.

2 Normative Verweisungen

Nicht anwendbar.

3 Allgemeines

Die in dieser Europäischen Norm festgelegten Verfahren erlauben die Identifizierung und quantitative Bestimmung der Rückstände durch Gaschromatographie mit selektiven Detektoren oder durch Flüssigchromatographie mit Tandem-Massenspektrometrie (LC-MS/MS).

Alle relevanten Ergebnisse müssen hinsichtlich Identität und Gehalt bestätigt werden.

Die hier aufgelisteten Verfahren wie die Gaschromatographie mit alternativen Trennsäulen und alternativen Detektoren, Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC), Säulenfraktionierung, Derivatisierung sowie Spektralmessungen sind für die Absicherung von Ergebnissen geeignet.

Ergebnisse, die durch Massenspektrometrie (MS) erhalten werden, besitzen die größte Aussagekraft für die Absicherung der Identifizierung.

Wie bereits in der Einleitung beschrieben, ist es in bestimmten Fällen möglich, bessere Ergebnisse zu erhalten, wenn von den beschriebenen Geräten und Bedingungen zur Extraktion, Reinigung und Chromatographie abgewichen wird. Solche Abweichungen müssen immer eindeutig dokumentiert und daraufhin geprüft werden, dass sie zu verlässlichen Ergebnissen führen.

4 Bestimmung

4.1 Allgemeines

4.1.1 Identifizierung

Eine Reihe von Parametern sind geeignet, die Analyten im Probenextrakt zu identifizieren, so beispielsweise:

- a) die Retentionszeit (en: retention time, Rt) des in Frage kommenden Analyten, oder sogar besser, die relative Retentionszeit berechnet gegen den internen Standard ISTD ($R_{t(A)}/R_{t(ISTD)}$) aus demselben Chromatogramm (durch die Verwendung mehrerer Säulen unterschiedlicher Polarität wird dieser Identifizierungsschritt noch verbessert);
- b) im Falle von MS oder MS/MS-Detektion, die relative Intensität von gleichzeitig aufgenommenen Signalen (im Allgemeinen sind 3 Ionen für die MS-Detektion erforderlich und 2 SRM-Übergänge bei der MS/MS);
- c) die Anwendung der hochauflösenden Massenspektrometrie;
- d) im Falle der Messung mit Elektronenstoß-Ionisation (EI) der Vergleich des kompletten Massenspektrums eines verdächtigen Peaks mit Spektrenbibliotheken (ggf. nach Abzug des Hintergrundrauschens);
- e) die quantitative Bestimmung gleicher Mengen mit unterschiedlichen spezifischen GC-Detektoren wie Elektroneneinfang-Detektor (ECD), Stickstoff-Phosphor-Detektor (NPD) oder flammenphotometrischem Detektor (FPD).

Die Parameter, die für den im Probenextrakt zu bestimmenden Analyten erhalten werden, sind mit denen von den Standardlösungen zu vergleichen. Sollte eine besondere Sicherheit für die Bestätigung des Analyten nötig sein, können zusätzliche Maßnahmen erforderlich sein, so z. B. verschiedene chromatographische Trennbedingungen oder das Auswerten zusätzlicher m/z- oder SRM-Übergänge.