

	Fettarme Lebensmittel Bestimmung von N-Methylcarbamat-Rückständen Teil 1: HPLC-Verfahren mit Reinigung durch Festphasenextraktion Deutsche Fassung EN 14185-1:2003	DIN EN 14185-1
--	--	---------------------------------

ICS 67.060; 67.080.01

Non-fatty food — Determination of N-methylcarbamate residues —
Part 1: HPLC-method with SPE clean-up;
German version EN 14185-1:2003

Aliments non gras — Dosages des résidus de N-méthylcarbammates —
Partie 1: Méthode par CLHP avec purification SPE;
Version allemande EN 14185-1:2003

Die Europäische Norm EN 14185-1:2003 hat den Status einer Deutschen Norm.

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm ist vom Technischen Komitee CEN/TC 275 „Lebensmittelanalytik – Horizontale Verfahren“ (Sekretariat: DIN) unter intensiver deutscher Mitarbeit erarbeitet worden.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss „Pestizide“ des Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

Für die im Abschnitt 2 zitierte Internationale Norm wird im Folgenden auf die entsprechende Deutsche Norm hingewiesen:

ISO 3696 siehe DIN ISO 3696

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen (Identisch mit ISO 3696:1987).*

Fortsetzung 16 Seiten EN

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)
im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

– Leerseite –

Deutsche Fassung

Fettarme Lebensmittel

Bestimmung von N-Methylcarbamat-Rückständen

Teil 1: HPLC-Verfahren mit Reinigung durch Festphasenextraktion

Non-fatty food – Determination of N-methylcarbamate
residues – Part 1: HPLC-method with SPE clean-up

Aliments non gras – Dosages des résidus de
N-méthylcarbamates – Partie 1: Méthode par CLHP
avec purification SPE

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 20. Februar 2003 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 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, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, der Slowakei, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn und dem Vereinigten Königreich.



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

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweisungen	3
3 Kurzbeschreibung	3
4 Chemikalien	4
5 Geräte	6
6 Probenahme	7
7 Probenvorbereitung	7
8 Durchführung	7
9 Auswertung	8
10 Absicherungsverfahren	9
11 Präzision, Wiederholgrenze und Vergleichgrenze	9
12 Untersuchungsbericht	10
Anhang A (informativ) Präzisionsdaten	11
Anhang B (informativ) Alternative HPLC-Bedingungen	15
Literaturhinweise	16

Vorwort

Dieses Dokument EN 14185-1:2003 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 Oktober 2003, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Oktober 2003 zurückgezogen werden.

Die Anhänge A und B sind informativ.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Malta, die Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, die Schweiz, die Slowakei, Spanien, die Tschechische Republik, Ungarn und das Vereinigte Königreich.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein hochleistungs-flüssigchromatographisches (HPLC) Verfahren zur Bestimmung von N-Methylcarbamat-Pestiziden in Getreide, Obst und Gemüse fest.

Das Verfahren ist durch einen Ringversuch für die Wirkstoffe Carbaryl, Carbofuran, Methiocarb, Methomyl, Oxamyl und Propoxur sowie für Methiocarb-sulfoxid in Paprika und Äpfeln bei Gehalten zwischen 0,08 mg/kg und 0,9 mg/kg validiert worden.

Für die Leistungsfähigkeit des Verfahrens zur Bestimmung weiterer bedeutsamer Metaboliten sind keine Daten aus Ringversuchen verfügbar, doch ist bekannt, dass das Verfahren nicht für die Oxime von Oxamyl und Methomyl anwendbar ist.

2 Normative Verweisungen

Diese Europäische Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen nur zu dieser Europäischen Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

EN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke – Anforderungen und Prüfungen (ISO 3696:1987)*.

3 Kurzbeschreibung

Das Untersuchungsmaterial wird mit Aceton, Dichlormethan und Petroleumbenzin homogenisiert, und das Homogenat wird zentrifugiert, wobei der Überstand zwei Phasen bildet. Ein aliquoter Anteil der oberen Phase wird zur Trockene eingedampft. Wahlweise kann dieser Extrakt durch Festphasenextraktion (solid phase extraction, SPE) mit einer Kartusche, die mit Kieselgel mit gebundenen Aminopropylgruppen gepackt ist, gereinigt werden. In der Extraktlösung werden die N-Methylcarbamate durch Umkehrphasen-Hochleistungs-Flüssigchromatographie (HPLC) mit Nachsäulen-Hydrolyse bestimmt. Das gebildete Methylamin wird mit o-Phthaldialdehyd und 2-Mercaptoethanol umgesetzt, und die Derivate werden mit einem Fluoreszenz-detektor nachgewiesen. Weitere Informationen zu diesem Verfahren siehe [1] bis [4].

4 Chemikalien

4.1 Allgemeines

Soweit nicht anders angegeben, werden analysenreine Chemikalien, vorzugsweise zur HPLC und zur Pestizid-Rückstandsanalyse, und nur destilliertes Wasser zum Reinigen der Glasgeräte und Wasser von mindestens Grad 1 nach EN ISO 3696 verwendet.

Alle Gefäße für Standardsubstanzen müssen mit dem Namen und der Reinheit der Pestizide beschriftet sein. Die ausführlichen chemischen Bezeichnungen und Formeln finden sich in ISO 1750.

4.2 Sicherheitshinweise zu den Chemikalien

WARNUNG — Viele Pestizide werden über verschiedene Wege aufgenommen bzw. resorbiert und sind vor allem in konzentrierter Form giftig. Beim Arbeiten mit diesen Pestiziden sind weitere Informationen den Sicherheitsdatenblättern des Herstellers zu entnehmen.

Die Dämpfe mancher flüchtiger Lösemittel sind giftig; einige davon können leicht durch die Haut resorbiert werden. Um die Dämpfe schon beim Entstehen zu entfernen, muss immer ein gut wirksamer Laborabzug eingeschaltet sein.

4.3 Aceton

4.4 Essigsäure

4.5 Dichlormethan

4.6 Petroleumbenzin, Siedebereich 40 °C bis 60 °C

4.7 Methanol

4.8 Acetonitril

4.9 Lösemittelgemisch, Acetonitril (4.8)/Essigsäure (4.4) 99,9 + 0,1 (V/V)

4.10 Wasser, gereinigt mit einem System zum Reinigen von Wasser für die Flüssigchromatographie

4.11 Natriumacetat

4.12 o-Phthaldialdehyd

4.13 Natriumtetraborat, wasserfrei

4.14 2-Mercaptoethanol

4.15 Trimethacarb

4.16 Mobile Phase A

Acetonitril (4.8)/Wasser (4.10) 20 + 80 (V/V) mit 2,5 mmol/l Natriumacetat (4.11). Vor Gebrauch wird die mobile Phase A mit schwachem Unterdruck durch ein Membranfilter (5.10) gesaugt.