

DIN EN 14185-2



ICS 67.050

**Fettarme Lebensmittel –
Bestimmung von N-Methylcarbamatrückständen –
Teil 2: HPLC-Verfahren mit Reinigung auf einer Kieselgur-Säule;
Deutsche Fassung EN 14185-2:2006**

Non fatty foods –
Determination of N-methylcarbamate residues –
Part 2: HPLC method with clean-up on a diatomaceous earth column;
German version EN 14185-2:2006

Aliments non gras –
Dosage des N-méthylcarbammates –
Partie 2: Méthode CLHP avec purification sur colonne de terre de diatomées;
Version allemande EN 14185-2:2006

Gesamtumfang 16 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm ist vom Technischen Komitee TC 275 „Lebensmittelanalytik — Horizontale Verfahren“, dessen Sekretariat vom DIN (Deutschland) gehalten wird, des Europäischen Komitees für Normung (CEN) nach eingehenden Vorarbeiten der Arbeitsgruppe 4 „Pestizide in fettarmen Lebensmitteln“ erarbeitet worden.

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

Gemeinschaftsweit gültige Höchstmengen für Pflanzenschutzmittel in fettarmen Lebensmitteln (einschließlich N-Methylcarbamate) sind in der europäischen Verordnung 396/2005 festgelegt. Daher muss auch der Gehalt an N-Methylcarbamaten gemeinschaftsweit harmonisiert nachgewiesen und bestimmt werden können.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 5725-1 siehe DIN ISO 5725-1
ISO 5725-2 siehe DIN ISO 5725-2
ISO 5725-3 siehe DIN ISO 5725-3
ISO 5725-4 siehe DIN ISO 5725-4
ISO 5725-5 siehe DIN ISO 5725-5
ISO 5725-6 siehe DIN ISO 5725-6

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe*

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

DIN ISO 5725-3, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 3: Präzisionsmaße eines vereinheitlichten Messverfahrens unter Zwischenbedingungen*

DIN ISO 5725-4, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 4: Grundlegende Methoden für die Ermittlung der Richtigkeit eines vereinheitlichten Messverfahrens*

DIN ISO 5725-5, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 5: Alternative Methoden für die Ermittlung der Präzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

DIN ISO 5725-6, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 6: Anwendung von Genauigkeitswerten in der Praxis*

Deutsche Fassung

**Fettarme Lebensmittel —
Bestimmung von N-Methylcarbamatrückständen —
Teil 2: HPLC-Verfahren mit Reinigung auf einer Kieselgur-Säule**

Non fatty foods —
Determination of N-methylcarbamate residues —
Part 2: HPLC method with clean-up on a diatomaceous
earth column

Aliments non gras —
Dosage des N-méthylcarbammates —
Partie 2: Méthode CLHP avec purification sur colonne de
terre de diatomées

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 20. April 2006 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, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

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

Inhalt

	Seite
Vorwort	2
1 Anwendungsbereich	3
2 Kurzbeschreibung	3
3 Chemikalien	3
4 Geräte.....	5
5 Probenahme	6
6 Probenvorbereitung.....	6
7 Durchführung	7
8 Auswertung	8
9 Absicherungsverfahren	8
10 Präzision, Wiederholgrenze und Vergleichsgrenze	9
11 Untersuchungsbericht	10
Anhang A (informativ) Präzisionsdaten	11
Literaturhinweise	14

Vorwort

Dieses Dokument (EN 14185-2:2006) 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 November 2006, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis November 2006 zurückgezogen werden.

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

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein hochleistungs-flüssigchromatographisches (HPLC) Verfahren zur Bestimmung der Rückstände von N-Methylcarbamat-Pestiziden in Obst und Gemüse fest und geht auf die Arbeitsweise von Krause [1] zurück.

Das Verfahren ist durch einen Ringversuch für die Wirkstoffe Aldicarb, Carbofuran, Furathiocarb, Methomyl, Oxamyl, Propoxur und Thiodicarb und für die Metaboliten Aldicarb-sulfoxid, Aldicarb-sulfon (Aldoxycarb) und 3-Hydroxy-carbofuran in Tomaten und Orangen bei Gehalten zwischen 0,04 mg/kg und 0,25 mg/kg validiert worden.

Für die Leistungsfähigkeit des Verfahrens zur Bestimmung weiterer bedeutsamer Stoffe sind keine Daten aus Ringversuchen verfügbar, doch ist bekannt, dass das Verfahren nicht für Benfuracarb anwendbar ist.

2 Kurzbeschreibung

Das Untersuchungsmaterial wird mit Dichlormethan homogenisiert, das Homogenat wird filtriert und das Filtrat eingedampft. Nur bei Zitrusfrüchten wird das Untersuchungsmaterial mit Acetonitril homogenisiert, das Filtrat mit n-Hexan gewaschen und eingedampft. In beiden Fällen wird der Rückstand in wässriger Natriumchlorid-Lösung gelöst. Die Lösung wird auf eine Säule aus Kieselgur überführt und die Säule mit Dichlormethan eluiert. Die Eluate werden eingedampft und der Rückstand wird in Methanol gelöst. In dieser Lösung 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 Fluoreszenzdetektor nachgewiesen [2].

3 Chemikalien

3.1 Allgemeines

Soweit nicht anders angegeben, werden analysenreine Chemikalien, vorzugsweise zur HPLC und zur Pestizid-Rückstandsanalyse, und nur destilliertes Wasser oder Wasser gleichwertiger Reinheit 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.

3.2 Sicherheitshinweise

WARNUNG — Bei der Anwendung dieser Norm ist es möglich, dass gefährliche Substanzen, Arbeitsgänge und Geräte angewendet werden. Diese Norm erhebt nicht den Anspruch, dass alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme angesprochen werden. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Norm, geeignete Vorkehrungen für den Arbeits- und Gesundheitsschutz zu treffen und vor der Anwendung festzulegen, welche einschränkenden Vorschriften gelten.

3.3 Acetonitril

3.4 n-Hexan

3.5 Acetonitril, gesättigt mit n-Hexan

400 ml Acetonitril (3.3) werden in einem Scheidetrichter 3 min mit 40 ml n-Hexan (3.4) geschüttelt; die untere Phase wird verwendet.