

DIN EN 15055

ICS 67.060; 67.080.01

**Fettarme Lebensmittel –
Bestimmung von Chlormequat und Mepiquat –
LC-MS/MS-Verfahren;
Deutsche Fassung EN 15055:2006**

Non fatty foods –
Determination of chlormequat and mepiquat –
LC-MS/MS method;
German version EN 15055:2006

Aliments non gras –
Détermination de la teneur en chlormequate et mepiquate –
Méthode LC-MS/MS;
Version allemande EN 15055:2006

Gesamtumfang 22 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm ist vom Technischen Komitee TC 275 „Lebensmittelanalytik — Horizontale Verfahren“ (Sekretariat: DIN, Deutschland) 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 Chlormequat und Mepiquat) sind in der europäischen Verordnung 396/2005 festgelegt. Daher muss auch der Gehalt an Chlormequat und Mepiquat 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

Der Text dieser Norm enthält im Anhang A neben den gesetzlichen Einheiten auch die Einheit psi, die im Deutschen Normenwerk nicht zugelassen ist. Es wird jedoch ausdrücklich darauf hingewiesen, dass die Anwendung dieser Einheit im nationalen amtlichen und geschäftlichen Verkehr auf Grund des Gesetzes über Einheiten im Messwesen nicht zulässig ist.

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*

Deutsche Fassung

**Fettarme Lebensmittel —
Bestimmung von Chlormequat und Mepiquat —
LC-MS/MS-Verfahren**

Non fatty foods —
Determination of chlormequat and mepiquat —
LC-MS/MS method

Aliments non gras —
Détermination de la teneur en chlormequate et mepiquate —
Méthode LC-MS/MS

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	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Kurzbeschreibung	4
3 Chemikalien	4
4 Geräte	5
5 Durchführung	6
6 Auswertung	7
7 Absicherung	8
8 Präzision	8
9 Untersuchungsbericht	9
Anhang A (informativ) Beispiele für geeignete experimentelle Bedingungen	10
Anhang B (informativ) Präzisionsdaten	18
Literaturhinweise	20

Vorwort

Dieses Dokument (EN 15055:2006) 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.

Als Alternative ist auch die EN 15054 *„Fettarme Lebensmittel — Bestimmung von Chlormequat und Mepiquat — LC-MS-Verfahren“* erhältlich.

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 Verfahren mit Detektion durch Tandem-Massenspektrometrie (LC-MS/MS) zur Bestimmung der Wachstumsregulatoren Chlormequat und Mepiquat in fettarmen Lebensmitteln als Chlormequat- bzw. Mepiquat-Kation fest.

Das Verfahren ist anwendbar auf alle Arten von Obst, Gemüse und Getreideerzeugnissen. Es ist in einem Ringversuch mit Pilzen, Birnen, Weizenmehl, Obstpüree und zusätzlich an einer Kindernahrung (Milchpulver) geprüft worden, siehe [1].

2 Kurzbeschreibung

Das Untersuchungsmaterial wird mit deuterierten inneren Standards, Wasser und Methanol gemischt und das Homogenat zentrifugiert. Ein aliquoter Anteil der überstehenden Lösung wird filtriert. Ein aliquoter Anteil des Filtrates wird durch Hochleistungs-Flüssigchromatographie (HPLC) mit Detektion durch Tandem-Massenspektrometrie nach positiver Elektrospray-Ionisation untersucht. Um die erforderliche Selektivität zu erreichen, wird das Massenspektrometer im Multireaktions-Modus betrieben, siehe [2] bis [7].

3 Chemikalien

3.1 Allgemeines und Sicherheitshinweise

Soweit nicht anders angegeben, werden analysenreine Chemikalien verwendet. Es muss auf alle Fälle vermieden werden, dass Wasser, Lösemittel, anorganische Salze usw. verunreinigt werden.

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.

3.2 Ammoniumacetat

3.3 Ammoniumformiat

3.4 Filterhilfe, z. B. Celite® 545¹⁾

3.5 Eisessig, Massenanteil w mindestens 96 g/100 g

3.6 Acetonitril zur HPLC

3.7 Methanol zur HPLC

3.8 Wasser, geeignet zur HPLC

1) Celite 545 ist ein Produkt von Celite Corp. (World Minerals Inc., Santa Barbara, CA, USA). Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Europäischen Norm und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produktes durch CEN. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn sie nachweislich zu den gleichen Ergebnissen führen.

3.9 Chlormequat-chlorid-Stammlösung, Massenkonzentration $\rho(\text{C}_5\text{H}_{13}\text{NCl}_2) = 4,30 \text{ } \mu\text{g/ml}$ in Methanol

Diese Stammlösung enthält $3,33 \text{ } \mu\text{g/ml}$ Chlormequat-Kation.

3.10 Mepiquat-chlorid-Stammlösung, $\rho(\text{C}_7\text{H}_{16}\text{NCl}) = 4,37 \text{ } \mu\text{g/ml}$ in Methanol

Diese Stammlösung enthält $3,33 \text{ } \mu\text{g/ml}$ Mepiquat-Kation.

3.11 Lösung des inneren Standards 1 (d_4 -Chlormequat-chlorid), $\rho(\text{C}_5\text{H}_9\text{D}_4\text{NCl}_2) = 21,33 \text{ } \mu\text{g/ml}$ in Methanol.

Diese Stammlösung enthält $16,67 \text{ } \mu\text{g/ml}$ d_4 -Chlormequat-Kation. Zur Verfügbarkeit des Standards gibt das jeweilige nationale Normungsinstitut Auskunft.

3.12 Lösung des inneren Standards 2 (d_3 -Mepiquat-iodid), $\rho(\text{C}_7\text{H}_{13}\text{D}_3\text{NI}) = 34,70 \text{ } \mu\text{g/ml}$ in Methanol

Diese Stammlösung enthält $16,67 \text{ } \mu\text{g/ml}$ d_3 -Mepiquat-Kation. Zur Verfügbarkeit des Standards gibt das jeweilige nationale Normungsinstitut Auskunft.

3.13 Kalibrierlösungen

Sechs Kalibrierlösungen (Nr. 1 bis Nr. 6) werden in 10-ml-Messkolben wie folgt hergestellt. In die Kolben werden jeweils $10 \text{ } \mu\text{l}$, $50 \text{ } \mu\text{l}$, $100 \text{ } \mu\text{l}$, $300 \text{ } \mu\text{l}$, $1\,000 \text{ } \mu\text{l}$ und $3\,000 \text{ } \mu\text{l}$ der Chlormequat-chlorid-Stammlösung (3.9) und der Mepiquat-chlorid-Stammlösung (3.10) pipettiert. In alle Kolben werden $10 \text{ } \mu\text{l}$ der Lösung des inneren Standards 1 (3.11) und $10 \text{ } \mu\text{l}$ der Lösung des inneren Standards 2 (3.12) gegeben. Die Lösungen Nr. 1 bis Nr. 5 werden mit einem Methanol/Wasser-Gemisch 1 + 1 (V+V) zur Marke aufgefüllt und die Lösung Nr. 6 mit Wasser.

Alle sechs Kalibrierlösungen enthalten $16,7 \text{ ng/ml}$ d_4 -Chlormequat-Kation und $16,7 \text{ ng/ml}$ d_3 -Mepiquat-Kation. Die Lösungen Nr. 1 bis Nr. 6 enthalten jeweils $3,3 \text{ ng/ml}$, $16,7 \text{ ng/ml}$, $33,3 \text{ ng/ml}$, 100 ng/ml , 333 ng/ml und $1\,000 \text{ ng/ml}$ Chlormequat-Kation bzw. Mepiquat-Kation. Auf Grundlage einer Einwaage von 20 g entspricht dies jeweils $0,01 \text{ mg/kg}$, $0,05 \text{ mg/kg}$, $0,10 \text{ mg/kg}$, $0,30 \text{ mg/kg}$, $1,00 \text{ mg/kg}$ oder $3,00 \text{ mg/kg}$ an Chlormequat-Kation und Mepiquat-Kation.

4 Geräte

Übliche Laborgeräte und insbesondere die folgenden:

4.1 Homogenisator oder Hochgeschwindigkeitsmischer, versehen mit einem Becher**4.2 Zentrifuge**, für eine Zentrifugalbeschleunigung von mindestens $3\,000 \text{ g}$ am Boden der Zentrifugenbecher**4.3 Spritze**, Nennvolumen mindestens 2 ml **4.4 Spritzenfilter**, Porengröße $0,45 \text{ } \mu\text{m}$ (Polyamid oder Polytetrafluorethylen)**4.5 Glasfläschchen**, Volumen $1,8 \text{ ml}$; anwendbar zur automatischen Injektion in einen Autosampler**4.6 LC-MS/MS-System**, ausgestattet mit einem Elektrospray-Interface