

Tabak und Tabakerzeugnisse  
**Bestimmung der Organochlorpestizid-Rückstände**  
Gaschromatographisches Verfahren  
(ISO 4389:2000)

**DIN**  
**ISO 4389**

ICS 65.160

Ersatz für  
DIN ISO 4389:1998-06

Tobacco and tobacco products – Determination of  
organochlorine pesticide residues – Gas chromatographic  
method (ISO 4389:2000)

Tabac et produits de tabac – Détermination des résidus de  
pesticides organochlorés – Méthode par chromatographie en  
phase gazeuse (ISO 4389:2000)

**Die Internationale Norm ISO 4389:2000 „Tobacco and tobacco products – Determination of organochlorine pesticide residues – Gas chromatographic method“ ist unverändert in diese Deutsche Norm übernommen worden.**

### Nationales Vorwort

Die Beratung der Bestimmung der Organochlorpestizid-Rückstände in Tabak und Tabakerzeugnissen im ISO/TC 126 „Tabak und Tabakerzeugnisse“ (Sekretariat: Deutschland) führte im Jahre 2000 zur Veröffentlichung der dritten Ausgabe der Internationalen Norm ISO 4389.

Der Arbeitsausschuss „Tabak- und Tabakrauchanalyse“ des Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN beschloss die Anpassung der 1998 erschienenen DIN ISO 4389 an die 2000 erschienene 3. Ausgabe der ISO 4389. Der Arbeitsausschuss traf seine Entscheidung insbesondere unter dem Gesichtspunkt der notwendigen Harmonisierung der internationalen und nationalen Normen im Bereich von Tabak und Tabakerzeugnissen.

Zu den im Abschnitt 2 genannten ISO-Normen wird auf folgende Deutsche Normen hingewiesen.

ISO 1042 siehe DIN EN ISO 1042

ISO 3696 siehe DIN ISO 3696

ISO 8243 siehe DIN ISO 8243

Fortsetzung Seite 2 bis 15

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

### **Änderungen**

Gegenüber DIN ISO 4389:1998-06 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Die zweistufige Extraktion der Probe mit einem Acetonitril/Wassergemisch und *n*-Hexan wird durch eine einstufige *n*-Hexan-Extraktion ersetzt.
- b) Der in der früheren Ausgabe der Norm für die Extraktion vorgesehene Kuderna-Danish-Verdampfer wird durch einen Soxhletextraktor ersetzt.
- c) Die Gaschromatographiebedingungen werden neueren Erkenntnissen angepasst und werden insbesondere hinsichtlich Temperaturprogramm und Säule beispielhaft spezifiziert.
- d) Es werden Musterdiagramme angefügt, die die zufrieden stellende Trennung der einzelnen Komponenten veranschaulichen.
- e) Die Norm enthält die neuesten Erkenntnisse zur Präzision des Verfahrens auf der Grundlage der in einem internationalen Ringversuch erzielten Ergebnisse.
- f) Die Norm wurde sprachlich überarbeitet und den geltenden Gestaltungsregeln angepasst.

### **Frühere Ausgaben**

DIN ISO 4389: 1998-06

## Deutsche Übersetzung

Tabak und Tabakerzeugnisse

# Bestimmung der Organochlorpestizid-Rückstände Gaschromatographisches Verfahren

## Vorwort

Die ISO (Internationale Organisation für Normung) ist die weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitglieds Körperschaften). Die Erarbeitung Internationaler Normen obliegt den Technischen Komitees der ISO. Jede Mitglieds Körperschaft, die sich für ein Thema interessiert, für das ein Technisches Komitee eingesetzt wurde, ist berechtigt, in diesem Komitee mitzuarbeiten. Internationale (staatliche und nichtstaatliche) Organisationen, die mit der ISO in Verbindung stehen, sind an den Arbeiten ebenfalls beteiligt. Die ISO arbeitet in allen zur elektrotechnischen Normung gehörenden Dingen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Internationale Normen werden nach den in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 3, festgelegten Regeln gestaltet.

Die von den Technischen Komitees verabschiedeten Internationalen Norm-Entwürfe werden den Mitglieds Körperschaften zur Abstimmung vorgelegt. Die Veröffentlichung als Internationale Norm erfordert die Zustimmung von mindestens 75 % der abstimmenden Mitglieds Körperschaften.

Es wird darauf hingewiesen, dass die Möglichkeit besteht, dass einige Teile der ISO 4389 Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Die Internationale Norm ISO 4389 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 126 „Tabak und Tabakerzeugnisse“ erarbeitet.

Die dritte Ausgabe setzt die zweite Ausgabe (ISO 4389:1997) außer Kraft. Als Ergebnis intensiver Prüfungen wurde der Anwendungsbereich der dritten Ausgabe um Tabakerzeugnisse erweitert. Das 1998-09-15 veröffentlichte Technische Corrigendum 1 wurde eingearbeitet.

Die Anhänge A und B dieser Internationalen Norm dienen ausschließlich der Information.

## 1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein gaschromatographisches Verfahren zur Bestimmung der Pestizid-Rückstände in Blatttabak, verarbeitetem Tabak und Tabakerzeugnissen fest.

Das Verfahren gilt für die Bestimmung der in Tabelle 1 aufgeführten Organochlorpestizide. Das Verfahren wird insbesondere für die Bestimmung der Substanzen innerhalb der in der Tabelle 1 aufgeführten Nachweisgrenzen empfohlen.

**ANMERKUNG 1** Es wurde gezeigt, dass das Verfahren frei von Fehlern ist, die durch Störpeaks im Chromatogramm verursacht werden können und im Fall von verschiedenen Arten von Blatttabak von Substanzen stammen können, die nicht zur Gruppe der Organochlorpestizide gehören. Allerdings kann die vorstehende Feststellung nicht für sämtliche Arten und Varianten von Tabak und Tabakerzeugnissen gelten. Die Interpretation unerwarteter augenscheinlich positiver Ergebnisse sollte daher mit Vorsicht vorgenommen werden. Analytiker befürworten daher die massenspektrometrische Bestätigung der chemischen Struktur von Verbindungen, die unter diesen Umständen nachgewiesen werden.

**ANMERKUNG 2** ISO 1750 enthält die systematischen chemischen Bezeichnungen und Strukturformeln, die den ISO-Gruppennamen in der Tabelle 1 entsprechen.

## 2 Normative Verweisungen

Die folgenden normativen Dokumente enthalten Festlegungen, die durch Verweisung in diesem Text Bestandteil der vorliegenden Internationalen Norm sind. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieser Internationalen Norm waren die angegebenen Ausgaben gültig. Alle Normen unterliegen der Überarbeitung. Vertragspartner, deren Vereinbarungen auf dieser Internationalen Norm basieren, werden gebeten, die Möglichkeit zu prüfen, ob die jeweils neuesten Ausgaben der im Folgenden genannten Normen angewen-

det werden können. Die Mitglieder von IEC und ISO führen Verzeichnisse der gegenwärtig gültigen Internationalen Normen.

ISO 648, *Laborgeräte aus Glas – Vollpipetten.*

ISO 1042, *Laborgeräte aus Glas – Messkolben.*

ISO 3696, *Wasser für analytische Laborzwecke – Spezifikation und Prüfverfahren.*

ISO 4874, *Tabak – Probenahme aus Rohmaterialpartien – Allgemeine Prinzipien.*

ISO 8243, *Zigaretten – Probenahme.*

### 3 Prinzip

Die Extraktion der Pestizidrückstände aus der getrockneten, gemahlenen und mit Florisil®<sup>1)</sup> gemischten Probe erfolgt mit *n*-Hexan in einem speziellen Soxhlet-Extraktor. Die Bestimmung der Pestizidrückstände erfolgt ohne weitere Vorreinigung mittels Gaschromatograph, der mit einem Elektronenauffang-Detektor ausgestattet ist.

### 4 Chemikalien

Alle Chemikalien müssen für die Pestizid-Rückstandsanalytik geeignet sein. Alle Lösungen müssen vor ihrer Verwendung durch eine Blindwertbestimmung auf Reinheit überprüft werden. Für die Blindwertbestimmung ist das zur Untersuchung der Probe angewandte Verfahren (Extraktion und Gaschromatographie) genau einzuhalten. Die Chromatogramme der Lösungsmittel müssen eine Grundlinie ohne merkliche Peaks, die sich mit denen der zu bestimmenden Pestizide überlagern könnten, aufweisen.

**4.1 entgastes Wasser**, das mindestens der Qualität 2 nach ISO 3696 entspricht.

**4.2 *n*-Hexan.**

**4.3 Toluol.**

**4.4 Referenzsubstanzen:** Zertifizierte Referenzmaterialien mit einem Reinheitsgrad von mindestens 95 % (Massenanteil) der in Tabelle 1 aufgeführten Substanzen.

ANMERKUNG *trans*-Chlordan wird als Indikator für Chlordan genutzt (technische Mischung); sofern  $\alpha$ -Endosulfan mit diesem Verfahren nachgewiesen werden soll, ist es ratsam, die Rückstände der Summe von  $\alpha$ -Endosulfan,  $\beta$ -Endosulfan und Endosulfansulfat mit einem geeigneten Verfahren zu bestimmen.

#### 4.5 Stammlösung des inneren Standards

Es wird Mirex<sup>2)</sup>, ein Pestizid, das heute nicht mehr verwendet wird (siehe [2] in den Literaturhinweisen), eingesetzt.

ANMERKUNG Mirex ist die generische Bezeichnung für Dodecachlorpentacyclo [5,2,1,0<sup>2,6</sup>,0<sup>3,9</sup>,0<sup>5,8</sup>] decan.

0,02 g Mirex werden auf 0,000 1 g in einen 100-ml-Messkolben eingewogen und mit *n*-Hexan (4.2) bis zur Marke aufgefüllt.

#### 4.6 Lösung des inneren Standards

5 ml der Stammlösung des inneren Standards (4.5) werden in einen 200-ml-Messkolben pipettiert und mit *n*-Hexan (4.2) bis zur Marke aufgefüllt, so dass sich eine etwa 5 µg/ml Mirex enthaltende Lösung ergibt. Diese Lösung ist bei 0 °C bis +4 °C unter Lichtausschluss zu lagern. Unter diesen Bedingungen ist die Lösung mindestens sechs Monate haltbar.

1) Florisil® ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender der Norm und bedeutet keine Anerkennung dieses genannten Produktes durch ISO.

2) Mirex ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender der Norm und bedeutet keine Anerkennung dieses genannten Produktes durch ISO.

**Tabelle 1 – Liste geeigneter Pestizide mit Nachweisgrenzen**

| Substanz                               | Gruppenname<br>Nach ISO 1750         | Nachweisgrenze<br>µg/g |
|----------------------------------------|--------------------------------------|------------------------|
| Aldrin                                 | Aldrin                               | 0,02                   |
| <i>trans</i> -Chlordan                 | Chlordan                             | 0,02                   |
| <i>p,p'</i> -DDE                       | –                                    | 0,02                   |
| <i>o,p'</i> -DDT                       | –                                    | 0,04                   |
| <i>p,p'</i> -DDT                       | DDT                                  | 0,06                   |
| Dieldrin                               | Dieldrin                             | 0,02                   |
| α-Endosulfan                           | Endosulfan                           | 0,03                   |
| HCB                                    | Hexachlorbenzen                      | 0,02                   |
| α-HCH<br>oder α-BHC                    | HCH<br>oder BHC                      | 0,02                   |
| β-HCH<br>oder β-BHC                    | HCH<br>oder BHC                      | 0,02                   |
| γ-HCH<br>oder γ-BHC                    | Gamma-HCH (Lindan)<br>oder Gamma-BHC | 0,01                   |
| δ-HCH<br>oder δ-BHC                    | HCH<br>oder BHC                      | 0,02                   |
| Heptachlor                             | Heptachlor                           | 0,02                   |
| Heptachlorepoxyd                       | –                                    | 0,02                   |
| <i>o,p'</i> -TDE oder <i>o,p'</i> -DDD | –                                    | 0,03                   |
| <i>p,p'</i> -TDE oder <i>p,p'</i> -DDD | TDE                                  | 0,02                   |
| <i>o,p'</i> -DDE                       | –                                    | 0,03                   |

## 4.7 Standard-Pestizidlösungen

Alle Pestizidlösungen sind zwischen 0 °C und +4 °C unter Lichtausschluss zu lagern. Unter diesen Bedingungen sind die Lösungen mindestens sechs Monate haltbar.

### 4.7.1 Stammlösungen der einzelnen Standards

0,02 g jedes Pestizides (4.4) werden auf 0,000 1 g in jeweils einen 100-ml-Messkolben eingewogen und mit *n*-Hexan (4.2) bis zur Marke aufgefüllt. Somit ergeben sich Stammlösungen der einzelnen Standards, die jeweils etwa 200 µg/ml des einzelnen Pestizids enthalten.

Im Falle von β-HCH sollte das Pestizid in Toluol (4.3) gelöst werden wegen der geringen Löslichkeit in Hexan.

### 4.7.2 Stammlösungsmischung A

5 ml jeder einzelnen Standard-Stammlösung (4.7.1) werden in einen 200-ml-Messkolben pipettiert und mit *n*-Hexan (4.2) [oder im Falle von β-HCH mit Toluol (4.3)] bis zur Marke aufgefüllt. Es ergibt sich damit eine Lösung, die etwa 5 µg/ml jedes Pestizides enthält.

### 4.7.3 Stammlösungsmischung B

1 ml der Stammlösungsmischung A (4.7.2) wird in einen 10-ml-Messkolben pipettiert und mit *n*-Hexan (4.2) bis zur Marke aufgefüllt. Es ergibt sich damit eine Lösung, die 0,5 µg/ml jedes Pestizides enthält.