

DIN EN 12393-3

ICS 67.050

Einsprüche bis 2012-05-05
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 12393-3:2009-02

Entwurf

**Pflanzliche Lebensmittel –
Multiverfahren zur Bestimmung von Pestizidrückständen mit GC oder
LC-MS/MS –
Verfahren zur Bestimmung und Absicherung;
Deutsche Fassung prEN 12393-3:2012**

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 prEN 12393-3:2012

Aliments d'origine végétale –
Méthodes multirésidus de détermination de résidus de pesticides par GC ou LC-MS/MS –
Partie 3: Détermination et essais de confirmation;
Version allemande prEN 12393-3:2012

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2012-03-05 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise als Datei per E-Mail an nal@din.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder in Papierform an den Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN, 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 22 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 12393-3:2012) 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.

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) Informationen zum GC-MS/MS-Verfahren wurden eingefügt;
- d) die Norm wurde bezüglich Verweise etc. redaktionell überarbeitet.

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

Aliments d'origine végétale — Méthodes multirésidus de détermination de résidus de pesticides par GC ou LC-MS/MS — Partie 3 : Détermination et essais de confirmation

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

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: CEN-Umfrage
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.4e - RC2

Inhalt

Seite

Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen.....	5
3 Allgemeines.....	5
4 Bestimmung	5
5 Absicherungsverfahren	9
Anhang A (informativ) Übliche GC Arbeitsbedingungen	11
Anhang B (informative) Übliche GC-MS/MS-Arbeitsbedingungen	13
Anhang C (informative) Übliche LC Arbeitsbedingungen.....	16
Literaturhinweise	20

Vorwort

Dieses Dokument (prEN 12393-3:2012) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 275 „Lebensmittelanalytik - Horizontale Verfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 12393-3:2008 ersetzen.

Änderungen

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

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

Dieser europäische Norm-Entwurf prEN 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 bis 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.*

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 die Höchstmenge anscheinend überschritten ist.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

prEN 12393-1:2012, *Pflanzliche Lebensmittel — Multiverfahren zur Bestimmung von Pestizidrückständen mit GC oder LC-MS/MS — Teil 1: Allgemeines*

prEN 12393-2, *Pflanzliche Lebensmittel — Multiverfahren zur Bestimmung von Pestizidrückständen mit GC oder LC-MS/MS — Teil 2: Verfahren zur Extraktion und Reinigung*

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 Vorversuche

Der lineare Messbereich des Detektors unter den verwendeten GC- oder LC-MS/MS-Bedingungen wird durch das Einspritzen verdünnter Standardlösungen ermittelt.

Ein geeignetes Volumen (je nach System zwischen 1,0 µl und 20,0 µl) der entsprechend den Verfahren in prEN 12393-2 gereinigten Extraktlösung wird in den Gaschromatographen injiziert. Das so erhaltene Chromatogramm sollte sowohl die Identität als auch die ungefähre Konzentration der Rückstände in der Extraktlösung erkennen lassen.