

DIN EN 12822



ICS 67.050

Ersatz für
DIN EN 12822:2000-07

**Lebensmittel –
Bestimmung von Vitamin E mit Hochleistungs-Flüssigchromatographie –
Bestimmung von α -, β -, γ - und δ -Tocopherol;
Deutsche Fassung EN 12822:2014**

Foodstuffs –

Determination of vitamin E by high performance liquid chromatography –

Measurement of α -, β -, γ - and δ -tocopherols;

German version EN 12822:2014

Produits alimentaires –

Détermination de la teneur en vitamine E par chromatographie liquide haute performance –

Dosage des α -, β -, γ - et δ -tocophérols;

Version allemande EN 12822:2014

Gesamtumfang 22 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 12822:2014) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 275 „Lebensmittelanalytik - Horizontale Verfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-01-13 AA „Vitamine und Carotinoide“ im Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen, wobei EN-ISO-Normen nur dann genannt sind, wenn sie nicht als DIN-EN-ISO-Norm mit gleicher Zählnummer veröffentlicht sind:

EN ISO 3696	siehe DIN ISO 3696
ISO 5725 (alle Teile)	siehe DIN ISO 5725 (alle Teile)

Änderungen

Gegenüber DIN EN 12822:2000-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Anwendungsbereich erweitert;
- b) Literaturhinweise aktualisiert;
- c) redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN EN 12822: 2000-07

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

DIN ISO 5725 (alle Teile), *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen*

Deutsche Fassung

Lebensmittel —
Bestimmung von Vitamin E mit
Hochleistungs-Flüssigchromatographie —
Bestimmung von α -, β -, γ - und δ -Tocopherol

Foodstuffs —
Determination of vitamin E by high performance liquid
chromatography —
Measurement of α -, β -, γ - and δ -tocopherols

Produits alimentaires —
Détermination de la teneur en vitamine E par
chromatographie liquide haute performance —
Dosage des α -, β -, γ - et δ -tocophérols

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 17. April 2014 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 des CEN-CENELEC 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, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Kurzbeschreibung	5
4 Chemikalien	5
5 Geräte	8
6 Durchführung	9
7 Berechnung	11
8 Präzision	11
9 Untersuchungsbericht	13
Anhang A (informativ) Beispiele für HPLC-Chromatogramme	14
Anhang B (informativ) Präzisionsdaten	16
Anhang C (informativ) Alternative HPLC-Systeme	18
Literaturhinweise	19

Vorwort

Dieses Dokument (EN 12822:2014) 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 Dezember 2014, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Dezember 2014 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN 12822:2000.

Die Anhänge A, B und C sind informativ.

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

WARNUNG — Bei der Anwendung dieser Europäischen 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.

Einleitung

Diese Europäische Norm bietet eine Grundlage für Analyseverfahren. Es ist vorgesehen, dass der Analytiker anhand dieser Rahmenbedingungen seine eigene Untersuchungsweise wählt, die in Übereinstimmung mit dieser standardisierten Vorgehensweise ist.

Da diese Europäische Norm die Bestimmung der Massenanteile von α -, β -, γ - und δ -Tocopherol in Lebensmitteln behandelt, wird auf die Literatur, wie der Vitamin E-Gehalt berechnet und als biologische Aktivität ausgedrückt wird verwiesen. Für weitere Informationen siehe [1], [2], [3] und [4]. Eine Unterscheidung von *RRR*-Tocopherol und allen racematischen Tocopherolen ist mit dieser Bestimmung nicht möglich.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung von Vitamin E in Lebensmitteln mit Hochleistungs-Flüssigchromatographie (HPLC) fest. Die Bestimmung des Vitamin E-Gehalts erfolgt anhand der Bestimmung von α -, β -, γ - und δ -Tocopherol. Diese Bestimmung wurde in 2 Ringversuchen validiert. Im ersten Ringversuch wurde auf α -Tocopherol in Margarine und Milchpulver von 9,89 mg/100 g bis 24,09 mg/100 g untersucht. Im zweiten Ringversuch wurde α -, β -, γ - und δ -Tocopherol in Milchpulver und α - und β -Tocopherol in Haferpulver von 0,057 mg/100 g (β -Tocopherol) bis 10,2 mg/100 g (α -Tocopherol) untersucht.

ANMERKUNG Die Vitamin E-Aktivität kann aus den Tocopherolgehalten unter Verwendung geeigneter Faktoren, auf die in [1], [2], [3] und [4] verwiesen wird, berechnet werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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).

EN ISO 3696, *Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696)*

3 Kurzbeschreibung

α -, β -, γ - und δ -Tocopherol werden in einer geeigneten Probenlösung mittels HPLC getrennt und anschließend photometrisch (im UV-Bereich) oder besser mit Fluoreszenz-Detektion nachgewiesen. In den meisten Fällen ist eine Verseifung des Probenmaterials mit anschließender Extraktion erforderlich. Die Substanzen werden anhand der Retentionszeiten identifiziert und mit externem Standard über die Peakflächen bzw. Peakhöhen bestimmt. Interne Standardverfahren können ebenfalls verwendet werden, wenn die entsprechenden Wiederfindungsversuche das gleiche Verhalten des internen Standards und des Analyten während der Analyse bewiesen haben, für weitere Informationen siehe [4] bis [14].

ANMERKUNG Bei der Verwendung einer Normalphasensäule ist die Trennung von Tocopherol und Tocotrienol ebenfalls möglich.

4 Chemikalien

Falls nicht anders angegeben, werden bei der Analyse nur analysenreine Chemikalien und Wasser von mindestens Qualität 1 nach EN ISO 3696 verwendet.

4.1 Methanol.

4.2 Ethanol, absolut, Volumenanteil $\varphi(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 100 \%$.

4.3 Ethanol, $\varphi(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 96 \%$.

4.4 Natriumsulfat, wasserfrei.

4.5 Kaliumhydroxid-Lösung, zur Verseifung, in geeigneten Massenkonzentrationen, z. B. $\rho(\text{KOH}) = 50 \text{ g}/100 \text{ ml}$ oder $\rho(\text{KOH}) = 60 \text{ g}/100 \text{ ml}$, oder alkoholische Lösungen, z. B. 28 g KOH in 100 ml mit einem Volumenverhältnis von 9 Teilen Ethanol und einem Teil Wasser.

4.6 Antioxidantien, wie Ascorbinsäure (AS), Natriumascorbat, Pyrogallol, Natriumsulfid (Na_2S), Hydroxychinon oder Butylhydroxytoluol (BHT).

4.7 Lösemittel und Extraktionsmittel, z. B. wie Diethylether (peroxidfrei), Dichlormethan, Petroleumbenzin (Siedebereich 40°C bis 60°C), *n*-Hexan, Ethylacetat, oder geeignete Mischungen davon.