

DIN EN 14176

ICS 67.120.30

Ersatz für
DIN EN 14176:2004-03

Lebensmittel –
Bestimmung von Domoinsäure in rohen Schalentieren, rohen Fischen und
gekochten Miesmuscheln mit RP-HPLC und UV-Detektion;
Deutsche Fassung EN 14176:2017

Foodstuffs –

Determination of domoic acid in raw shellfish, raw finfish and cooked mussels by RP-HPLC using UV detection;

German version EN 14176:2017

Produits alimentaires –

Dosage de l'acide domoïque dans les coquillages crus, les poissons crus et les moules cuites par CLHP en phase inverse couplée à la détection UV;

Version allemande EN 14176:2017

Gesamtumfang 20 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 14176:2017) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 275 „*Lebensmittelanalytik — Horizontale Verfahren*“ (Sekretariat: DIN, Deutschland nach eingehenden Vorarbeiten der Arbeitsgruppe 14 „*Marine Biotoxine*“ erarbeitet.

Das zuständige deutsche Arbeitsgremium ist der Arbeitskreis NA 057-01-03-01 AK „*Algantoxine*“ des DIN-Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL).

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-Normen mit gleicher Zählnummer veröffentlicht sind:

EN ISO 3696 siehe DIN ISO 3696
ISO 13528 siehe DIN ISO 13528

Änderungen

Gegenüber DIN EN 14176:2004-03 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) der Titel der Norm wurde geändert;
- b) die Extraktionsvorschrift in 6.2 wurde überarbeitet;
- c) die chromatographischen Bedingungen in 6.3 wurden überarbeitet;
- d) das Verfahren wurde nachvalidiert, und die Validierungsdaten im Anhang A wurden überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN EN 14176: 2004-03

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

DIN ISO 13528, *Statistische Verfahren für Eignungsprüfungen durch Ringversuche*

Deutsche Fassung

Lebensmittel —
Bestimmung von Domoinsäure in rohen Schalentieren,
rohen Fischen und gekochten Miesmuscheln mit
RP-HPLC und UV-Detektion

Foodstuffs —
Determination of domoic acid in raw shellfish,
raw finfish and cooked mussels by
RP-HPLC using UV detection

Produits alimentaires —
Dosage de l'acide domoïque dans les coquillages crus,
les poissons crus et les moules cuites par CLHP
en phase inverse couplée à la détection UV

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 7. November 2016 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, Serbien, 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
Europäisches Vorwort	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Kurzbeschreibung	5
4 Chemikalien	5
5 Geräte	8
6 Durchführung	9
7 Auswertung von Ergebnissen	12
8 Präzision	12
9 Untersuchungsbericht	13
Anhang A (informativ) Präzisionsdaten	14
A.1 Präzisionsdaten für Verfahren A mit isokratischer Elution	14
A.2 Präzisionsdaten für Verfahren B mit Gradientenelution	15
A.3 Präzisionsdaten aus den Laborvergleichsuntersuchungen von EURLMB	16
Anhang B (informativ) Typisches Chromatogramm	17
Bild B.1 — Typisches Chromatogramm eines MUS1b Referenzmaterials	17
Literaturhinweise	18

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 14176:2017) 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 Juli 2017, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Juli 2017 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN 14176:2003.

Die EN 14176:2017 enthält die folgenden signifikanten technischen Änderungen im Vergleich zur EN 14176:2003:

- Die Extraktionsvorschrift in 6.2 wurde überarbeitet;
- Die chromatographischen Bedingungen in 6.3 wurden überarbeitet;
- Das Verfahren wurde nachvalidiert, und die Validierungsdaten im Anhang A wurden überarbeitet.

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, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Einleitung

Das Toxin der amnesischen Schalentiervergiftung (ASP, en: amnesic shellfish poisoning), Domoinsäure (DA, en: domoic acid) gehört zur Gruppe der Aminosäuren, die als Kainoide bezeichnet werden. Diese werden als Neuroexzitatoren (Reizmittel) oder Exzitotoxine eingeordnet, da sie die Neurotransmissionsmechanismen des Gehirns stören. Schalentiere können das Toxin über ihre Nahrung, die u. a. aus einer Vielzahl von toxischen *Pseudonitzschia*-Arten bestehen kann, anreichern. Beim Menschen kann die Nahrungsaufnahme mit DA kontaminierten Meeresfrüchten zu einer Vergiftung führen, deren Symptome (unter anderem) abdominelle Krämpfe, Erbrechen, Orientierungslosigkeit und Gedächtnisverlust (Amnesie) umfassen. In bestimmten Fällen können sie auch schwere gesundheitliche Folgen haben.

Die Hochleistungsflüssigkeitschromatographie mit UV-Detektion (HPLC-UV, en: high performance liquid chromatography with ultraviolet detection) war das zuerst verwendete chemische Analysenverfahren für die DA-Bestimmung und ist immer noch das am meisten für die Routineüberwachung von Schalentieren eingesetzte Verfahren. Der DA-Nachweis wird durch die starke Absorption der DA bei 242 nm [1] ermöglicht.

Diese Europäische Norm beruht auf zwei vergleichbaren Verfahren. Eine Verfahrensweise zur quantitativen Bestimmung von DA und deren Isomeren, z. B. Epi-Domoinsäure (epi-DA) in ungesalzenen rohen Meeresfrüchten (Verfahren A), ist in [2] beschrieben. Die andere Verfahrensweise zur quantitativen Bestimmung von DA und deren Isomeren, z. B. Epi-Domoinsäure (epi-DA) in gekochten Miesmuscheln (Verfahren B), ist in [3] beschrieben.

Verfahren A nutzt eine Ein-Schritt-Extraktion mit 50 %igem wässrigen Methanol und eine optionale selektive Reinigung und Anreicherung mit Festphasenextraktion (SPE, en: solid phase extraction) mit einem starken Anionenaustauscher. Unter Berücksichtigung der Ergebnisse der Verfahrensvalidierung wird der in [2] beschriebene optionale Reinigungsschritt des Verfahrens A in dieser Norm nicht beschrieben. Die Analyten werden mit Hochleistungsflüssigkeitschromatographie unter isokratischen Bedingungen und ultravioletter Absorptionsdetektion bestimmt.

Verfahren B nutzt eine Ein-Schritt-Extraktion mit 50 %igem wässrigen Methanol und einen optionalen Arbeitsschritt zum Erhitzen, der ein besseres Dekantieren des Überstandes ermöglicht. Jedoch wurde beobachtet, dass durch das Erhitzen DA und epi-DA abgebaut werden kann. DA und epi-DA werden mit HPLC mit binärem Gradienten sowie ultravioletter Absorptionsdetektion bestimmt.

Beide Verfahren können für die quantitative Bestimmung von DA angewendet werden.

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, vor deren Anwendung geeignete Vorkehrungen für den Arbeits- und Gesundheitsschutz des Personals zu treffen und festzulegen, welche einschränkenden Vorschriften und Regelungen gelten.