

DIN EN 14352

ICS 67.060

Lebensmittel –**Bestimmung von Fumonisin B₁ und B₂ in Maiserzeugnissen –
HPLC-Verfahren mit Immunoaffinitätssäulen-Reinigung;
Deutsche Fassung EN 14352:2004**

Foodstuffs –

Determination of fumonisin B₁ and B₂ in maize based foods –
HPLC method with immunoaffinity column clean up;
German version EN 14352:2004

Produits alimentaires –

Dosage des fumonisines B₁ et B₂ dans des aliments à base de maïs –
Méthode CLHP avec purification par colonne d'immunoaffinité;
Version allemande EN 14352:2004

Gesamtumfang 19 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

Die Europäische Norm EN 14352:2004 hat den Status einer Deutschen Norm.

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm ist vom Technischen Komitee CEN/TC 275 „Lebensmittelanalytik — Horizontale Verfahren“ (Sekretariat: DIN) erarbeitet worden.

Die Mitarbeit des DIN wird über den Arbeitsausschuss „Biotoxine“ des Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) wahrgenommen.

Für die im Abschnitt 2 zitierte Norm wird im Folgenden auf die entsprechende Deutsche Norm hingewiesen:

EN ISO 3696 siehe DIN ISO 3696

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3639, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen; Identisch mit ISO 3639:1987.*

Deutsche Fassung

**Lebensmittel
Bestimmung von Fumonisin B₁ und B₂ in Maiseerzeugnissen
HPLC-Verfahren mit Immunoaffinitätssäulen-Reinigung**

Foodstuffs —
Determination of fumonisin B₁ and B₂ in maize based foods
—
HPLC method with immunoaffinity column clean up

Produits alimentaires —
Dosage des fumonisines B₁ et B₂ dans des aliments à
base de maïs —
Méthode CLHP avec purification par colonne
d'immunoaffinité

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 30. April 2004 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, 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 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung	4
4 Chemikalien	4
5 Geräte	6
6 Probenahme	7
7 Durchführung	7
8 Berechnung	10
9 Präzision	10
10 Untersuchungsbericht	12
Anhang A (informativ) Präzisionsdaten	13
Anhang B (informativ) Typische Chromatogramme	15
Literaturhinweise	17

Vorwort

Dieses Dokument (EN 14352:2004) 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 Januar 2005, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Januar 2005 zurückgezogen werden.

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, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

WARNUNG — Fumonisine sind für Ratten und Mäuse hepatotoxisch, nephrotoxisch und karzinogen. Die Wirkungen beim Menschen sind nicht vollständig bekannt. Bei der Handhabung von Fumonisinen müssen geeignete Sicherheitsmaßnahmen angewendet werden. Alle Flächen im Laboratorium, auf denen derartige Flüssigkeiten verschüttet wurden, sollten mit einer 5 %igen Natriumhypochlorit-Lösung gereinigt werden. Acetonitril ist gefährlich, und Proben müssen mit einem Schüttelgerät im Laborabzug geschüttelt werden.

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.

1 Anwendungsbereich

Dieses Europäische Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung des Gehaltes von Fumonisin B₁ (FB₁) und Fumonisin B₂ (FB₂) in Maiserzeugnissen mit Hochleistungs-Flüssigchromatographie (HPLC) und Immunoaffinitäts-säulen-Reinigung fest, siehe [1], [2] und [3].

Das Verfahren wurde erfolgreich in einem Ringversuch nach den „AOAC-Guidelines for Collaborative Studies to validate characteristics of a method of analysis“ [4] für die Untersuchung von Fumonisin in Maismehl und Cornflakes, die 323 µg/kg bis 1 414 µg/kg FB₁ und 90 µg/kg bis 558 µg/kg FB₂ enthalten, validiert.

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).

EN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen (ISO 3696:1987)*.

3 Kurzbeschreibung

Die Fumonisine werden aus der Probe mit einem Lösemittelgemisch Wasser/Methanol/Acetonitril extrahiert. Der filtrierte Probenextrakt wird über eine Immunoaffinitätssäule gereinigt, und die Fumonisine werden mit Methanol wieder eluiert. Der Probenextrakt wird eingeeengt, der Rückstand in einem Acetonitril/Wasser-Gemisch aufgenommen und zur Bildung von fluoreszierenden Fumonisinderivaten mit o-Phthaldialdehyd/2-Mercaptoethanol (OPA-MCE) versetzt. Diese Derivate werden mit Umkehrphasen-Hochleistungs-Flüssigchromatographie (RP-HPLC) und Fluoreszenzdetektion bestimmt.

4 Chemikalien

4.1 Allgemeines

Falls nicht anders angegeben, werden nur analysenreine Chemikalien und Wasser der Qualität 1 nach EN ISO 3696 verwendet. Die Lösemittel müssen für die HPLC geeignet sein.

4.2 Methanol Acetonitril

4.4 o-Phosphorsäure, Volumenanteil $\varphi(\text{H}_3\text{PO}_4)$ = 85 %

4.5 o-Phthaldialdehyd (OPA)

4.6 2-Mercaptoethanol (MCE)

4.7 Natriumdihydrogenphosphat-Lösung, Stoffmengenkonzentration $c(\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ mol/l}$

15,6 g $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ werden in 1 l destilliertem Wasser gelöst.

4.8 Dinatriumtetraborat-Lösung, $c(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ mol/l}$

3,8 g $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ werden in 100 ml Wasser gelöst.