

	Fettreiche Lebensmittel Bestimmung von Pestiziden und polychlorierten Biphenylen (PCB) Teil 3: Reinigungsverfahren Deutsche Fassung EN 1528-3 : 1996	DIN EN 1528-3
ICS 67.040 Deskriptoren: Fettreich, Lebensmittel, Pestizid, polychloriertes Biphenyl, Reinigung Fatty food — Determination of pesticides and polychlorinated biphenyls (PCBs) — Part 3: Clean-up methods; German version EN 1528-3 : 1996 Aliments gras — Dosage des pesticides et des polychlorobiphényles (PCB) — Partie 3: Méthodes de purification; Version allemande EN 1528-3 : 1996 Die Europäische Norm EN 1528-3 : 1996 hat den Status einer Deutschen Norm. Nationales Vorwort Diese Europäische Norm ist vom Technischen Komitee CEN/TC 275 "Lebensmittel-analytik — Horizontale Verfahren" (Sekretariat: DIN) unter intensiver deutscher Mitarbeit erarbeitet worden. Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitskreis "Pestizide" des Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V. Fortsetzung 14 Seiten EN Normenausschuß Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.		

ICS 67.040

Deskriptoren: Lebensmittel, Speisefett, chemische Analyse, Gehaltsbestimmung, Pestizid, Polychlorbiphenyl, Reinheit, Chromatographie

Deutsche Fassung

Fettreiche Lebensmittel

Bestimmung von Pestiziden und polychlorierten Biphenylen (PCB)

Teil 3: Reinigungsverfahren

Fatty food — Determination of pesticides
and polychlorinated biphenyls (PCBs) —
Part 3: Clean-up methods

Aliments gras — Dosage des pesticides et
des polychlorobiphényles (PCB) —
Partie 3: Méthodes de purification

Diese Europäische Norm wurde von CEN am 1996-10-27 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 Zentralsekretariat 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 Zentralsekretariat mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien und dem Vereinigten Königreich.

CEN

EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG

European Committee for Standardization

Comité Européen de Normalisation

Zentralsekretariat: rue de Stassart 36, B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite		Seite
Vorwort	2	8 Verfahren D: Säulenchromatographie an teilweise deaktiviertem Florisil® (Stijve)	7
Einleitung	2	9 Verfahren E: Säulenchromatographie an teilweise deaktiviertem Aluminiumoxid (Greve und Grevenstuk)	9
1 Anwendungsbereich	3	10 Verfahren F: Gelpermeations-Chromatographie (GPC) (AOAC)	10
2 Normative Verweisungen	3	11 Verfahren G: Gelpermeations-Chromatographie (GPC) und Säulenchromatographie an teilweise deaktiviertem Kieselgel (Specht)	11
3 Prinzip	3	12 Verfahren H: Hochleistungs-Gelpermeations-Chromatographie (HPGPC) (MAFF)	12
4 Allgemeines	3	Anhang A (informativ) Reinigung von einigen Lösemitteln	14
5 Verfahren A: Flüssig/flüssig-Verteilung mit Acetonitril und Reinigung an einer Florisil®-Säule (AOAC)	3	Anhang B (informativ) Literaturhinweise	14
6 Verfahren B: Flüssig/flüssig-Verteilung mit Dimethylformamid und Reinigung an einer Florisil®-Säule (Specht)	5		
7 Verfahren C: Säulenchromatographie an aktiviertem Florisil® (AOAC)	6		

Vorwort

Diese Europäische Norm wurde vom Technischen Komitee 275 "Lebensmittelanalytik — Horizontale Verfahren" erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN geführt wird.

Diese Europäische Norm muß den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Mai 1997, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Mai 1997 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen:

Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien und das Vereinigte Königreich.

Diese Europäische Norm besteht aus den folgenden Teilen:

- Teil 1 "Allgemeines" enthält den Anwendungsbereich der Norm sowie allgemeine Hinweise zu Chemikalien, Geräten, Gaschromatographie usw. bei jedem der ausgewählten Verfahren.
- Teil 2 "Extraktion des Fettes, der Pestizide und PCB und Bestimmung des Fettgehaltes" enthält eine Reihe analytischer Verfahren, mit denen der Fettanteil einschließlich der Pestizid- und PCB-Rückstände aus den verschiedenen Gruppen fetthaltiger Lebensmittel extrahiert wird.
- Teil 3 "Reinigungsverfahren" enthält detaillierte Angaben zu den Verfahren A bis H zur Reinigung von Fetten und Ölen bzw. dem isolierten Fettanteil unter Verwendung von Verfahren zur Flüssig/flüssig-Verteilung, Adsorptions-Säulenchromatographie oder Gelpermeations-Chromatographie.
- Teil 4 "Verfahren zur Bestimmung und Absicherung, Verschiedenes" enthält einige empfohlene Techniken zur qualitativen und quantitativen Ermittlung der Rückstände und Absicherung der Ergebnisse sowie ein zusätzliches Vorreinigungsverfahren zur Entfernung des Fettanteils bei der Aufarbeitung größerer Mengen an Fett.

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 werden in ganz Europa weithin angewandt.

Die Rückstände, die anhand dieser Europäischen Norm bestimmt werden, sind im Fettanteil des Lebensmittels enthalten. Die in Übereinstimmung mit Teil 2 oder diesem Teil dieser Europäischen Norm erhaltenen Probenextrakte enthalten außer den Rückständen noch Fette und andere Lipide, die die Bestimmung stören können. Um diese rohen Extrakte oder Fette und Öle zu reinigen, können mehrere verschiedene Verfahren angewandt werden.

Diese Europäische Norm enthält die folgenden Reinigungsverfahren, die in Ringversuchen erfolgreich geprüft worden und in ganz Europa weithin anerkannt sind.

- Verfahren A: Flüssig/flüssig-Verteilung mit Acetonitril und Reinigung an einer Florisil®-Säule (AOAC) [1]
- Verfahren B: Flüssig/flüssig-Verteilung mit Dimethylformamid und Reinigung an einer Florisil®-Säule (Specht) [2]
- Verfahren C: Säulenchromatographie an aktiviertem Florisil® (AOAC) [3]
- Verfahren D: Säulenchromatographie an teilweise deaktiviertem Florisil® (Stijve) [4]
- Verfahren E: Säulenchromatographie an teilweise deaktiviertem Aluminiumoxid (Greve und Grevenstuk) [5]
- Verfahren F: Gelpermeations-Chromatographie (GPC) (AOAC) [6]
- Verfahren G: Gelpermeations-Chromatographie (GPC) und Säulenchromatographie an teilweise deaktiviertem Kieselgel (Specht) [7]
- Verfahren H: Hochleistungs-Gelpermeations-Chromatographie (HPGPC) (MAFF) [8]

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von EN 1528 legt Einzelheiten der Verfahren A bis H zur Reinigung von Fetten und Ölen bzw. dem isolierten Fettanteil eines Lebensmittels fest. Dabei werden die Prinzipien der Flüssig/flüssig-Verteilung, der Adsorptions- oder Gelpermeations-Säulenchromatographie angewandt. Die Anwendungsbereiche der Verfahren A bis H sind jeweils in den einzelnen Verfahren beschrieben.

ANMERKUNG: Siehe auch EN 1528-4, die ein zusätzliches Vorreinigungsverfahren zur Entfernung des Fettanteiles bei der Aufarbeitung größerer Mengen an Fett enthält.

2 Normative Verweisungen

Diese Europäische Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Europäischen Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation.

EN 1528-1 : 1996

Fettreiche Lebensmittel — Bestimmung von Pestiziden und polychlorierten Biphenylen (PCB) — Teil 1: Allgemeines

EN 1528-2 : 1996

Fettreiche Lebensmittel — Bestimmung von Pestiziden und polychlorierten Biphenylen (PCB) — Teil 2: Extraktion des Fettes, der Pestizide und PCB und Bestimmung des Fettgehaltes

EN 1528-4 : 1996

Fettreiche Lebensmittel — Bestimmung von Pestiziden und polychlorierten Biphenylen (PCB) — Teil 4: Verfahren zur Bestimmung und Absicherung, Verschiedenes

3 Prinzip

Störende Substanzen werden soweit wie möglich aus dem Probenextrakt entfernt, so daß die extrahierten Rückstände schließlich in einer Lösung vorliegen, die zur quantitativen Bestimmung mit einem der ausgewählten Verfahren verwendet werden kann.

4 Allgemeines

Bei jeder Flüssig/flüssig-Verteilung muß der Scheidetrichter 2 min geschüttelt werden, wobei er gelegentlich umgedreht und durch Öffnen des Kükens entlüftet wird. Wenn starkes Schütteln zu stabilen Emulsionen führt, kann auch vorsichtiger, dafür aber länger, geschüttelt werden. Emulsionen können durch Zugabe von 1 ml bis 2 ml gesättigter Natriumchlorid- oder Natriumsulfat-Lösung, durch Erwärmen unter dem Warmwasserhahn oder durch Zentrifugieren gebrochen werden.

Eventuelle Emulsionen an der Trennungsschicht werden wie die Phase behandelt, die erneut extrahiert bzw. verworfen wird.

Die Aktivität des Florisil®¹⁾, das in dieser Europäischen Norm zur Säulenchromatographie dient, muß in regelmäßigen Abständen geprüft und, falls notwendig, wie in den einzelnen Verfahren beschrieben, eingestellt werden.

ANMERKUNG 1: Wegen seiner hohen Bindungskapazität für Lipide wird Florisil®¹⁾ häufig als Adsorbens verwendet. Seine Aktivität hängt jedoch in beträchtlichem Maße von der Herstellungs-Charge, den Transport- und Lagerbedingungen ab.

Die Elutionsgeschwindigkeit einer Chromatographiesäule ist üblicherweise in den einzelnen Verfahren angegeben. Sie sollte im allgemeinen im Bereich von 1 ml/min bis 5 ml/min liegen.

Bei der Untersuchung auf Organochlor-Pestizide wird empfohlen, dem Extrakt vor der Reinigung eine bekannte Menge vergleichsweise leicht flüchtigen Pentachlorbenzols (oder 1,7-Dibromheptan) und einer weniger flüchtigen Indikatorsubstanz (z. B. 1,2,3,4-Tetrachlornaphthalin oder Isodrin²⁾) zuzusetzen. Pentachlorbenzol dient als Indikator für mögliche Verluste an Pestiziden während des Einengens. Die Peakfläche (-höhe) von Pentachlorbenzol wird dazu mit derjenigen der weniger flüchtigen Indikatorsubstanz verglichen. Die Indikatorsubstanz kann auch als innerer Standard zur Identifizierung (über die relative Retentionszeit) und zur Quantifizierung dienen. Bei Verwendung eines Elektronen-Einfangdetektors (ECD) muß allerdings in Betracht gezogen werden, daß Begleitsubstanzen möglicherweise zur selben Zeit wie der innere Standard eluiert und als positive oder negative Peaks angezeigt werden.

Wenn nichts anderes angegeben ist, sollten die Extraktlösungen nicht völlig zur Trockene eingedampft werden, denn dies kann zu Verlusten an Rückständen führen.

ANMERKUNG 2: Literaturhinweise zu den einzelnen Verfahren finden sich in Anhang B.

5 Verfahren A: Flüssig/flüssig-Verteilung mit Acetonitril und Reinigung an einer Florisil®-Säule (AOAC) [1]

5.1 Anwendungsbereich

Dieses Verfahren hat sich als geeignet für die Bestimmung von 17 Organochlor-Pestiziden und Metaboliten, der PCB-Indikatorkongenere und 6 Organophosphor-Pestiziden (in speziellen Fällen) erwiesen, siehe Anhang A in EN 1528-1 : 1996.

5.2 Prinzip

Die Extraktion des Fettes einschließlich der Rückstände aus der Probe erfolgt durch eines der in EN 1528-2 : 1996 beschriebenen Verfahren. Der Extrakt wird fast bis zur Trockene eingengt und der Abdampfrückstand in Petroleumbenzin gelöst. Die Rückstände der Pestizide und PCB werden durch Flüssig/flüssig-Verteilung in Acetonitril überführt und nach Verdünnen der Acetonitrilphase mit einem Überschuß Wasser wieder in Petroleumbenzin. Die konzentrierte organische Phase wird chromatographisch durch eine Florisil®-Säule mit Petroleumbenzin/Diethylether als Elutionsmittel gereinigt. Die Eluate werden zur gaschromatographischen Analyse eingengt.

¹⁾ Florisil® ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Information dient lediglich zur Unterrichtung der Anwender dieser Europäischen Norm und bedeutet keine Anerkennung dieses Produktes durch CEN.

²⁾ 1,2,3,4,10,10'-Hexachlor-1,4,4',5,8,8'-hexahydro-1,4-endo-5,8-endodimethanonaphthalin