

DIN EN 15850

ICS 67.060; 67.230

Lebensmittel –

**Bestimmung von Zearalenon in Säuglingsnahrung auf Maisbasis, Gerstenmehl, Maismehl, Maisgrieß, Weizenmehl und Lebensmittel auf Getreidebasis für Säuglinge und Kleinkinder –
HPLC-Verfahren mit Reinigung an einer Immunoaffinitätssäule und Fluoreszenzdetektion;
Deutsche Fassung EN 15850:2010**

Foodstuffs –

Determination of zearalenone in maize based baby food, barley flour, maize flour, polenta, wheat flour and cereal based foods for infants and young children –
HPLC method with immunoaffinity column cleanup and fluorescence detection;
German version EN 15850:2010

Produits alimentaires –

Dosage de la zéaralénone dans la farine d'orge, de maïs et de blé, la polenta et les produits pour nourrissons et jeunes enfants à base de céréales –
Méthode par chromatographie liquide haute performance avec purification sur colonne d'immunoaffinité et détection par fluorescence;
Version allemande EN 15850:2010

Gesamtumfang 20 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 15850:2010) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 275 „Lebensmittelanalytik — Horizontale Verfahren“ (Sekretariat: DIN, Deutschland) des Europäischen Komitees für Normung (CEN) nach eingehenden Vorarbeiten der Arbeitsgruppe 5 „Biotoxine“ erarbeitet.

Das zuständige deutsche Arbeitsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-01-03 AA „Biotoxine“ des Normenausschusses „Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte“ (NAL) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

Mykotoxine sind stark gesundheitsschädliche sekundäre Stoffwechselprodukte von Schimmelpilzen. Lebensmittel, die unter feuchten Bedingungen angebaut, geerntet oder gelagert werden, können von Schimmelpilzen befallen werden, deren Stoffwechselprodukte dann in das Lebensmittel gelangen. Die Toxizität einiger Mykotoxine ist für den Menschen erheblich; deshalb ist ein sicherer Nachweis von besonderer Bedeutung für den gesundheitlichen Verbraucherschutz. In Deutschland gilt zur Verringerung der Mykotoxinbelastung die Mykotoxin-Höchstmengenverordnung. Sie enthält seit 2004 nicht nur Regelungen für Aflatoxine, sondern auch für Ochratoxin A, Fumonisine, Deoxynivalenol und Zearalenon, das zur Gruppe der Fusarientoxine gehört. Seit 2001 werden die nationalen Bestimmungen durch EU-weit geltende Höchstgehaltregelungen für Kontaminanten in Lebensmitteln ergänzt. Höchstgehalte an Mykotoxinen in bestimmten Lebensmitteln werden außerdem noch durch verschiedene andere Verordnungen geregelt.

Für die im Inhalt zitierten Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

EN ISO 3696 siehe DIN ISO 3696

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

Deutsche Fassung

Lebensmittel —
Bestimmung von Zearalenon in Säuglingsnahrung auf
Maisbasis, Gerstenmehl, Maismehl, Maisgrieß, Weizenmehl und
Lebensmittel auf Getreidebasis für Säuglinge und Kleinkinder —
HPLC-Verfahren mit Reinigung an einer Immunoaffinitätssäule
und Fluoreszenzdetektion

Foodstuffs —
Determination of zearalenone in maize based baby food,
barley flour, maize flour, polenta, wheat flour and cereal
based foods for infants and young children —
HPLC method with immunoaffinity column cleanup and
fluorescence detection

Produits alimentaires —
Dosage de la zéaralénone dans la farine d'orge, de maïs et
de blé, la polenta et les produits pour nourrissons et jeunes
enfants à base de céréales —
Méthode par chromatographie liquide haute performance
avec purification sur colonne d'immunoaffinité et détection
par fluorescence

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 27. Februar 2010 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 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, 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, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

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

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung	4
4 Chemikalien	4
5 Geräte	7
6 Durchführung	9
7 HPLC-Analyse	10
8 Berechnung	12
9 Präzision	12
10 Untersuchungsbericht	14
Anhang A (informativ) Typische Chromatogramme	15
Anhang B (informativ) Präzisionsdaten	16
Literaturhinweise	18

Vorwort

Dieses Dokument (EN 15850:2010) 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 Oktober 2010, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Oktober 2010 zurückgezogen werden.

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

Dieses Dokument wurde unter einem Mandat erarbeitet, das die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone dem CEN erteilt haben.

WARNUNG — Bei der Anwendung dieser 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 die Anwendbarkeit einschränkender Vorschriften zu bestimmen.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, 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, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung von Zearalenon in Säuglingsnahrung auf Maisbasis, Gerstenmehl, Maismehl, Maisgrieß, Weizenmehl und Lebensmittel auf Getreidebasis für Säuglinge und Kleinkinder durch Hochleistungsflüssigchromatographie (HPLC) mit Reinigung an einer Immunoaffinitäts-säule und Fluoreszenzdetektion fest. Dieses Verfahren wurde in zwei Ringversuchen validiert. Der erste Ringversuch wurde für die Analyse von Säuglingsnahrung auf Maisbasis, Gerstenmehl, Maismehl, Maisgrieß und Weizenmehl mit Gehalten von 10 µg/kg bis 335 µg/kg und der zweite Ringversuch für Säuglings- und Kleinkindernahrung auf Getreidebasis mit Gehalten von 9 µg/kg bis 44 µg/kg durchgeführt.

Weitere Informationen zur Validierung befinden sich in Abschnitt 9 und Anhang B.

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 3696:1995, *Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696:1987)*

3 Kurzbeschreibung

Die Einwaage wird je nach dem zu analysierenden Produkt mit einer wässrigen Acetonitril-Lösung oder mit Methanol extrahiert. Der Extrakt wird anschließend mit phosphatgepufferter Kochsalzlösung (PBS) verdünnt, wobei ein wässriger Extrakt erhalten wird, der auf eine Immunoaffinitätssäule aufgebracht wird, die spezifische Antikörper gegen Zearalenon enthält. Zearalenon wird auf der Säule gereinigt und konzentriert und anschließend mit Acetonitril oder Methanol als Elutionsmittel von den Antikörpern abgetrennt. Zearalenon wird quantitativ durch Umkehrphasen-Hochleistungsflüssigchromatographie (RP-HPLC) mit Fluoreszenzdetektion bestimmt.

4 Chemikalien

4.1 Allgemeines

Falls nicht anders festgelegt, werden nur Chemikalien von anerkannter Analysenreinheit und Wasser der Qualität 1 nach EN ISO 3696:1995 verwendet. Die Lösemittel müssen, wenn nicht anders festgelegt, von geeignetem Reinheitsgrad für die HPLC-Analyse sein. Handelsübliche Lösungen mit gleichwertigen Eigenschaften wie die angegebenen dürfen verwendet werden.

4.2 Dinatriumhydrogenphosphat, Na_2HPO_4 wasserfrei oder $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$

4.3 Kaliumchlorid, KCl

4.4 Kaliumdihydrogenphosphat, KH_2PO_4

4.5 Natriumchlorid, NaCl

4.6 Natriumhydroxid, NaOH

4.7 Salzsäure-Lösung, Massenanteil $w(\text{HCl}) = 37 \%$ in Wasser

4.8 Salzsäure-Lösung, Stoffmengenkonzentration $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$

8,28 ml Salzsäure-Lösung (4.7) werden mit Wasser auf 1 l verdünnt.