

DIN EN 15890

ICS 67.080.10; 67.160.20; 67.230

Lebensmittel –**Bestimmung von Patulin in Fruchtsaft und Obstbrei für Säuglinge und Kleinkinder –****HPLC-Verfahren mit Reinigung durch Flüssig/Flüssig-Verteilung, Festphasenextraktion und UV-Detektion;
Deutsche Fassung EN 15890:2010****Foodstuffs –**

Determination of patulin in fruit juice and fruit based purée for infants and young children –
HPLC method with liquid/liquid partition cleanup and solid phase extraction and UV
detection;

German version EN 15890:2010

Denrées alimentaires –

Dosage de la patuline dans le jus de fruits et la compote de fruits en alimentation
infantile –

Méthode par CLHP avec purification par partition liquide-liquide et extraction en phase
solide et détection UV;

Version allemande EN 15890:2010

Gesamtumfang 19 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 15890:2010) 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. 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 in diesem Dokument 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*

ICS 67.080.10; 67.160.20; 67.230

Deutsche Fassung

Lebensmittel —
Bestimmung von Patulin in Fruchtsaft und Obstbrei für
Säuglinge und Kleinkinder —
HPLC-Verfahren mit Reinigung durch Flüssig/Flüssig-Verteilung,
Festphasenextraktion und UV-Detektion

Foodstuffs —
Determination of patulin in fruit juice and fruit based purée
for infants and young children —
HPLC method with liquid/liquid partition cleanup and solid
phase extraction and UV detection

Denrées alimentaires —
Dosage de la patuline dans le jus de fruits et la compote de
fruits en alimentation infantile —
Méthode par CLHP avec purification par partition liquide-
liquide et extraction en phase solide et détection UV

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 28. August 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	8
7 HPLC-Analyse	9
8 Berechnung	10
9 Präzision	10
10 Untersuchungsbericht	12
Anhang A (informativ) Typische Chromatogramme	13
Anhang B (informativ) Präzisionsdaten	15
Literaturhinweise	17

Vorwort

Dieses Dokument (EN 15890:2010) 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 März 2011, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis März 2011 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.

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.

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.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung von Patulin in Fruchtsäften und Obstbreien, wie z. B. Beikost in Form von Obstbrei, durch Hochleistungsflüssigchromatographie mit Ultraviolett-Detektion (HPLC-UV) fest. Unter Verwendung von natürlich kontaminierten und aufgestockten Proben wurde das Verfahren für die Bestimmung von Patulin in Apfelsaft in einem Konzentrationsbereich von 3,0 µg/kg bis 15,5 µg/kg validiert, wie auch für Beikost (Obstbrei) in einem Bereich von 3,4 µg/kg bis 17,9 µg/kg. Die in dieser Studie verwendete Beikost enthielt eine Mischung der folgenden im europäischen Markt erhältlichen Zutaten: Heidelbeere, Apfel, Banane, Zitrone, Weizenkeks, Weizensirup, Vollmilch und Pflanzenöl. Eine ausführliche Auflistung der Anteile jedes in dieser Studie verwendeten Erzeugnisses ist in [1] angeführt.

Weitere Informationen zu Validierungsdaten siehe 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

Patulin wird aus dem Apfelsaft oder dem Obstbrei mit einem Gemisch aus Ethylacetat und Hexan in Gegenwart von Natriumsulfat und Natriumhydrogencarbonat extrahiert. Ein aliquoter Anteil des Extraktes wird durch Festphasenextraktion gereinigt und eingedampft. Der Rückstand wird in Wasser mit einem pH-Wert von pH = 4 erneut gelöst; Patulin wird durch Umkehrphasen(RP)-HPLC abgetrennt und durch UV-Detektion quantitativ 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 von für die HPLC-Analyse geeignetem Reinheitsgrad sein, sofern nicht anders festgelegt. Handelsübliche Lösungen mit gleichwertigen Eigenschaften wie die aufgeführten Chemikalien dürfen verwendet werden.

4.2 Perchlorsäure, Massenanteil $w(\text{HClO}_4) \geq 60\%$ in Wasser

4.3 Sand, 50 mesh bis 70 mesh Teilchengröße

4.4 Festphasenextraktions(SPE)-Kartuschen mit Kieselgel (500 mg SiO_2)

4.5 Natriumsulfat, wasserfrei, Na_2SO_4

4.6 Natriumhydrogencarbonat, NaHCO_3