

DIN EN 16852

ICS 67.160.10

**Lebensmittel –
Bestimmung von Ethylcarbamat in Steinobstbränden, Obstbränden und
anderen Spirituosen –
GC-MS-Verfahren;
Deutsche Fassung EN 16852:2017**

Foodstuffs –

Determination of ethyl carbamate in stone fruit spirits, fruit marc spirits and other spirit drinks –

GC-MS method;

German version EN 16852:2017

Produits alimentaires –

Détermination de la teneur en carbamate d'éthyle dans les eaux-de-vie de fruits à noyaux, les eaux-de-vie de marc de fruits et les autres boissons alcoolisées –

Méthode par CG-SM;

Version allemande EN 16852:2017

Gesamtumfang 19 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 16852:2017) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 275 „Lebensmittelanalytik — Horizontale Verfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-01-14 AA „Prozesskontaminanten“ des DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL).

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 5725-2	siehe DIN ISO 5725-2
ISO/IEC 17025	siehe DIN EN ISO/IEC 17025

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens (ISO 5725-2)*

Deutsche Fassung

Lebensmittel —
Bestimmung von Ethylcarbamat in Steinobstbränden,
Obstbränden und anderen Spirituosen —
GC-MS-Verfahren

Foodstuffs —

Determination of ethyl carbamate in stone fruit spirits,
fruit marc spirits and other spirit drinks —
GC-MS method

Produits alimentaires —

Détermination de la teneur en carbamate d'éthyle dans
les eaux-de-vie de fruits à noyaux, les eaux-de-vie de
marc de fruits et les autres boissons alcoolisées —
Méthode par CG-SM

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 20. Februar 2017 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 CEN-CENELEC-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, 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
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung	4
4 Reagenzien	4
5 Geräte	7
6 Durchführung	8
7 Gaschromatographie und Massenspektrometrie (GC-MS)	9
8 Berechnung	10
9 Präzisionsdaten	10
10 Untersuchungsbericht	11
Anhang A (informativ) Typische Chromatogramme	12
Anhang B (informativ) Präzisionsdaten	16
Literaturhinweise	17

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 16852:2017) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 275 „Lebensmittelanalytik — Horizontale Verfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis November 2017, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis November 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 wurde unter einem Mandat erarbeitet, das die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone dem CEN erteilt haben.

WARNUNG — Die Anwendung dieser Norm bringt den Einsatz gefährdender Stoffe, Arbeitsabläufe und Geräte mit sich. Diese Norm erhebt nicht den Anspruch, alle Sicherheitsaspekte, die bei ihrer Anwendung auftreten können, aufzuzeigen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Norm, geeignete Vorkehrungen für den Arbeits- und Gesundheitsschutz des Personals zu treffen und vor der Anwendung zu prüfen, welche einschränkenden Vorschriften und Regelungen zu berücksichtigen sind.

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.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung von Ethylcarbamat (EC) in Steinobstbränden, Obstbränden und anderen Spirituosen mit Gaschromatographie und Massenspektrometrie fest.

Das Verfahren wurde in einem Ringversuch für Steinobstbrände und Obstliköre in Bereichen von 0,253 mg/l bis 1,11 mg/l validiert. Die Linearität des Ansprechverhaltens des Gerätes wurde jedoch für die Konzentrationsbereiche von 0,10 mg/l bis 4,0 mg/l (vereinfachtes Verfahren) und von 0,025 mg/l bis 3,0 mg/l (Verfahren mit Probenreinigung) nachgewiesen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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

Steinobstbrände mit einem Gesamt-Trockenextraktgehalt von weniger als 10 g/l werden nach der Einstellung des Alkoholgehaltes des Getränkes, falls erforderlich, und der Zugabe des internen Standards (ISTD) direkt in das Gaschromatographie/Massenspektrometrie-System (GC-MS) injiziert. Mit Zucker versetzte (gesüßte) Brandys, Liköre und andere Spirituosen mit einem höheren Gesamt-Trockenextraktgehalt werden zuerst auf eine Kartusche für die Festphasenextraktion (en: solid phase extraction, SPE) überführt und das Ethylcarbamat wird mit einem Gemisch von Cyclohexan und Ethylacetat eluiert.

Steinobstbrände können Vorstufen von Ethylcarbamat enthalten, die unter dem Einfluss von Sonnenlicht in EC umgewandelt werden, z. B. während der Haltbarkeitsdauer einer Spirituose. Um den tatsächlichen Gehalt an EC in der Probe zu ermitteln, müssen vor Licht schützende Glasgeräte (z. B. Braunglas) während der Analyse eingesetzt werden.

4 Reagenzien

Sofern nicht anders festgelegt, sind nur Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit und Wasser der Qualität 1 nach EN ISO 3696:1995 zu verwenden. Die Lösemittel müssen einen für die HPLC-Analyse (Hochleistungsflüssigchromatographie, en: High Performance Liquid Chromatography) geeigneten Reinheitsgrad aufweisen.

Ethylcarbamat wurde von der Internationalen Agentur für Krebsforschung (en: International Agency for Research on Cancer (IARC)) als potentiell krebserregend für Menschen eingestuft (siehe [1]).

4.1 Ethanol, absolut.

4.2 Ethanollösungen.

4.2.1 Ethanollösung, Volumenanteil $\varphi = 65 \%$.

65 ml Ethanol (4.1) werden in einen 100-ml-Messkolben pipettiert und bis zur Marke mit Wasser aufgefüllt.