

DIN EN 16857



ICS 67.160.20; 67.230

**Lebensmittel –
Bestimmung von Benzol in Erfrischungsgetränken, anderen Getränken und
in Babynahrung auf Gemüsebasis mit
Headspace-Gaschromatographie/Massenspektrometrie (HS-GC-MS);
Deutsche Fassung EN 16857:2017**

Foodstuffs –

Determination of benzene in soft drinks, other beverages and vegetable-based infant foods by
headspace gas chromatography mass spectrometry (HS-GC-MS);
German version EN 16857:2017

Produits alimentaires –

Détermination de la teneur en benzène dans les boissons non alcoolisées, les autres boissons
et les aliments pour nourrissons à base de légumes par chromatographie en phase gazeuse
avec espace de tête couplée à la spectrométrie de masse (HS-CG-SM);
Version allemande EN 16857:2017

Gesamtumfang 18 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 16857:2017) 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 Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO/IEC 17025	siehe DIN EN ISO/IEC 17025
ISO 5725-2:1994	siehe DIN ISO 5725-2:2002-12

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

DIN ISO 5725-2:2002-12, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens (ISO 5725-2:1994 einschließlich Technisches Korrigendum 1:2002)*

Deutsche Fassung

Lebensmittel —
Bestimmung von Benzol in Erfrischungsgetränken, anderen
Getränken und in Babynahrung auf Gemüsebasis mit Headspace-
Gaschromatographie/Massenspektrometrie (HS-GC-MS)

Foodstuffs —

Determination of benzene in soft drinks, other
beverages and vegetable-based infant foods by
headspace gas chromatography mass spectrometry
(HS-GC-MS)

Produits alimentaires —

Détermination de la teneur en benzène dans les
boissons non alcoolisées, les autres boissons et les
aliments pour nourrissons à base de légumes par
chromatographie en phase gazeuse avec espace de tête
couplée à la spectrométrie de masse (HS GC-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	6
6 Durchführung	8
7 HS-GC-MS-Analyse	9
8 Berechnung	11
9 Präzisionsdaten	12
10 Untersuchungsbericht	13
Anhang A (informativ) Typische Chromatogramme	14
Anhang B (informativ) Präzisionsdaten	15
Literaturhinweise	16

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 16857:2017) 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 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 Anwendung zu prüfen, welche einschränkenden Vorschriften und Regelungen zu berücksichtigen sind. Benzol wurde von der Internationalen Agentur für Krebsforschung (en: International Agency for Research on Cancer (IARC)) als krebserregend für Menschen eingestuft (siehe [1]).

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

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung von Benzol in Erfrischungsgetränken, anderen Getränken und in Babynahrung auf Gemüsebasis mit Headspace-Gaschromatographie/Massenspektrometrie (HS-GC-MS) fest. Das Verfahren wurde in einem Ringversuch durch die Analyse von aufgestockten Proben von kohlenensäurehaltigen Erfrischungsgetränken, kohlenensäurefreien (stillen) Fruchtsaftgetränken, kohlenensäurehaltigen Fruchtsaftgetränken, Gemüse- und Fruchtsäften mit Karotten, Babynahrung auf Gemüsebasis und fleischhaltiger Babynahrung im Bereich von 1,9 µg/kg bis 18,6 µg/kg validiert. Die Linearität des Ansprechverhaltens des Gerätes wurde jedoch für den Konzentrationsbereich von 0,5 µg/kg bis 20 µg/kg nachgewiesen. Die Bestimmungsgrenze (en: LOQ, limit of quantification) hängt von der Art des Gerätes ab, sie kann aber im Allgemeinen im Bereich von 0,5 µg/kg bis 1,0 µg/kg erwartet werden.

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

Die Probe wird homogenisiert und ein Aliquot in einem geschlossenen System mit zugesetztem isotopen-markierten Benzol als internem Standard erhitzt. Zur Identifizierung und Quantifizierung wird ein Aliquot des Dampfraums in ein GC-MS-System injiziert. Die Probenaufgabe erfolgt mit einem Split-/Splitlos-Injektor. Die chromatographische Trennung wird mit einer GC-Kapillarsäule mittlerer Polarität erreicht. Das Benzol wird bei 70 eV ionisiert, im Modus der Einzelionenregistrierung (en: selected ion monitoring, SIM) aufgenommen und unter Bezug auf das stabilisotopen-markierte Analogon quantitativ bestimmt.

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 Standardlösungen werden vorzugsweise gravimetrisch hergestellt. Für die Herstellung von nativer als auch von stabilisotopen-markierter Benzol-Standardlösung wird eine Analysenwaage (5.1) verwendet.

4.1 Benzol, C₆H₆, Reinheit ≥ 99,0 % (CAS 71-43-2).

Obwohl nicht notwendig, wird die Aufbewahrung bei 4 °C bis 6 °C empfohlen, um eine Verdampfung zu verhindern. Vor Gebrauch auf Raumtemperatur bringen.

4.2 Benzol-d₆, Reinheit ≥ 99,6 Atom-% D (CAS 1076-43-3).

Obwohl nicht notwendig, wird die Aufbewahrung bei 4 °C bis 6 °C empfohlen, um eine Verdampfung zu verhindern. Vor Gebrauch auf Raumtemperatur bringen.

4.3 Helium, gereinigtes Druckgas, mit einer Reinheit von 99,995 % oder höher.

4.4 Methanol, geeignet für die Headspace-GC-Analyse (CAS 67-56-1).