

	Lebensmittel Bestimmung von Ochratoxin A in Getreide und Getreideerzeugnissen Teil 2: Hochleistungs-flüssigchromatographisches Verfahren mit Bicarbonatreinigung (ISO 15141-2 : 1998) Deutsche Fassung EN ISO 15141-2 : 1998	DIN EN ISO 15141-2
ICS 67.060 Deskriptoren: Lebensmittel, Getreide, Getreideerzeugnis, Prüfverfahren, Flüssigchromatographie Foodstuffs – Determination of ochratoxin A in cereals and cereal products – Part 2: High performance liquid chromatographic method with bicarbonate clean up (ISO 15141-2 : 1998); German version EN ISO 15141-2 : 1998 Produits alimentaires – Dosage de l'ochratoxine A dans les céréales et produits dérivés – Partie 2: Méthode par chromatographie liquide haute performance comprenant une étape d'extraction par une solution de bicarbonate (ISO 15141-2 : 1998); Version allemande EN ISO 15141-2 : 1998 Die Europäische Norm EN ISO 15141-2 : 1998 hat den Status einer Deutschen Norm. Nationales Vorwort Diese Europäische Norm wurde von der Arbeitsgruppe 5 "Biotoxine" (Sekretariat: Niederlande) des Technischen Komitees CEN/TC 275 "Lebensmittelanalytik, Horizontale Verfahren" (Sekretariat: Deutschland) erarbeitet. Aufgrund der Ergebnisse der parallelen Abstimmung im Rahmen der Wiener Vereinbarung ist diese Norm ebenso als Internationale Norm ISO 15141-2 : 1998 erschienen. Die Mitarbeit des DIN in der Arbeitsgruppe 5 des CEN/TC 275 wird über den Arbeitsausschuß "Biotoxine" des Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) wahrgenommen. Fortsetzung 12 Seiten EN Normenausschuß Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.		

– Leerseite –

ICS 67.060

Deskriptoren: Lebensmittel, Getreide, chemische Analyse, Gehaltsbestimmung, Ochratoxin, chromatographisches Verfahren, Hochleistungs-Flüssigchromatographie, Extraktion, Carbonat

Deutsche Fassung

Lebensmittel

Bestimmung von Ochratoxin A in Getreide und Getreideerzeugnissen

Teil 2: Hochleistungs-flüssigchromatographisches Verfahren mit Bicarbonatreinigung
(ISO 15141-2 : 1998)

Foodstuffs – Determination of ochratoxin A in cereals and cereal products – Part 2: High performance liquid chromatographic method with bicarbonate clean up
(ISO 15141-2 : 1998)

Produits alimentaires – Dosage de l'ochratoxine A dans les céréales et produits dérivés – Partie 2: Méthode par chromatographie liquide haute performance comprenant une étape d'extraction par une solution de bicarbonate
(ISO 15141-2 : 1998)

Diese Europäische Norm wurde von CEN am 1. Juli 1998 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, der Tschechischen Republik 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
Vorwort	2
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweisungen	3
3 Prinzip	3
4 Chemikalien	3
5 Geräte und Hilfsmittel	5
6 Durchführung	6
7 Auswertung	8
8 Präzision	8
9 Untersuchungsbericht	9
Anhang A (informativ) Präzisionsdaten	10
Anhang B (informativ) Literaturhinweise	12

Vorwort

Der Text der EN ISO 15141-2 : 1998 wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 275 "Lebensmittelanalytik – Horizontale Verfahren", dessen Sekretariat vom DIN geführt wird, in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee ISO/TC 34 "Landwirtschaftliche Lebensmittelerzeugnisse" erarbeitet.

Diese Europäische Norm muß den Status einer nationalen Norm erhalten; entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis April 1999, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis April 1999 zurückgezogen werden.

Diese Europäische Norm "Lebensmittel – Bestimmung von Ochratoxin A in Getreide und Getreideerzeugnissen" besteht aus zwei Teilen:

Teil 1: Hochleistungs-flüssigchromatographisches Verfahren mit Kieselgelreinigung

Teil 2: Hochleistungs-flüssigchromatographisches Verfahren mit Bicarbonatreinigung

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, die Tschechische Republik und das Vereinigte Königreich.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein hochleistungs-flüssigchromatographisches Verfahren (HPLC) zur Bestimmung von Ochratoxin A (OTA) von mehr als 3 µg/kg fest.

Dieses Verfahren ist in Ringversuchen nach ISO 5725 : 1996 [1] erfolgreich validiert worden an Gerste mit einem Ochratoxin-A-Gehalt von 2,9 µg/kg, 3,0 µg/kg, 7,4 µg/kg und 14,4 µg/kg, an Mais mit einem Ochratoxin-A-Gehalt von 8,2 µg/kg und 16,3 µg/kg und an Weizenkleie mit einem Ochratoxin-A-Gehalt von 3,8 µg/kg und 4,5 µg/kg.

ANMERKUNG: Zahlreiche Laborerfahrungen haben gezeigt, daß dieses Verfahren auch auf Weizenmehl anwendbar ist.

2 Normative Verweisungen

Diese 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 Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation.

EN ISO 3696

Wasser für analytische Zwecke – Anforderungen und Prüfungen (ISO 3696 : 1987)

3 Prinzip

Ochratoxin A wird mit einer Mischung aus Chloroform und wäßriger Phosphorsäure aus Getreide extrahiert und durch Flüssig/flüssig-Verteilung in wäßrige Bicarbonatlösung überführt. Die Lösung wird auf eine C₁₈-Festphasensäule aufgegeben und Ochratoxin A mit Ethylacetat/Methanol/Eisessig eluiert. Ochratoxin A wird mit Umkehrphasen-Flüssigchromatographie getrennt und anhand der Fluoreszenz identifiziert und bestimmt. Die Identifizierung wird durch Chromatographie des Ochratoxin-A-Methylesterderivates bestätigt [2] bis [5].

WARNHINWEIS: Ochratoxin A verursacht Nieren- und Leberschäden und ist wahrscheinlich karzinogen. Die entsprechenden Sicherheitsvorschriften [6] für die Handhabung solcher Verbindungen sind zu beachten, und insbesondere ist die Verwendung von Ochratoxin A in trockener Form zu vermeiden, weil es elektrostatisch ist und es dadurch zu feiner Verteilung und Einatmung kommen kann. Glasgeräte können mit 4%iger Natriumhypochlorit-Lösung dekontaminiert werden. Auf die Stellungnahmen der Internationalen Agentur für Krebsforschung (WHO) wird hingewiesen [7], [8].

4 Chemikalien

Falls nicht anders angegeben, werden bei der Untersuchung nur analysenreine Chemikalien und destilliertes Wasser oder Wasser der Qualität 1 nach EN ISO 3696 verwendet. Die Lösemittel müssen für die HPLC geeignet sein.

4.1 Chloroform, stabilisiert mit z. B. 2-Methyl-2-buten oder Ethanol

4.2 Phosphorsäure, $c(\text{H}_3\text{PO}_4) \approx 0,1 \text{ mol/l}$

4.3 Diatomeenerde

900 g mit Säure gewaschene Celite® 545¹⁾ werden über Nacht in Methanol (4.7) eingeweicht und durch eine doppelte Schicht Filterpapier in einem Büchnertrichter (5.6) filtriert, mit 8 l Wasser gewaschen und 12 h bei 150 °C getrocknet.

4.4 Natriumbicarbonat-Lösung, $\rho(\text{NaHCO}_3) = 30 \text{ g/l}$

4.5 Ethylacetat

¹⁾ Celite® 545 ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Information dient lediglich zur Unterrichtung der Anwender dieser Norm und bedeutet keine Anerkennung dieser Produkte durch CEN.