

DIN EN ISO 15753

ICS 67.200.10

Ersatz für
DIN EN ISO 15753:2006-12

**Tierische und pflanzliche Fette und Öle –
Bestimmung von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen
(ISO 15753:2006 + Amd.1:2011);
Deutsche Fassung EN ISO 15753:2006 + A1:2011**

Animal and vegetable fats and oils –
Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons (ISO 15753:2006 + Amd.1:2011);
German version EN ISO 15753:2006 + A1:2011

Corps gras d'origines animale et végétale –
Détermination des hydrocarbures aromatiques polycycliques
(ISO 15753:2006 + Amd.1:2011);
Version allemande EN ISO 15753:2006 + A1:2011

Gesamtumfang 30 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm enthält unverändert die Internationalen Norm ISO 15753:2006, die vom Unterkomitee SC 11 „Animal and vegetable fats and oils“ (Sekretariat: BSI, Vereinigtes Königreich) des Technischen Komitees ISO/TC 34 „Lebensmittelprodukte“ (Sekretariat: AFNOR, Frankreich) erarbeitet wurde.

Die Mitarbeit des DIN beim Europäischen Komitee für Normung (CEN) wird für den Bereich des CEN/TC 307 über den „Gemeinschaftsausschuss für die Analytik von Fetten, Ölen, Fettprodukten, verwandten Stoffen und Rohstoffen“ (GA Fett) der Deutschen Gesellschaft für Fettforschung (DGF) und des Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) wahrgenommen.

Diese Norm beinhaltet die bisherige EN ISO 15753:2006 und die Änderung A1:2011.

Der Beginn und das Ende des hinzugefügten oder geänderten Textes wird durch die Textmarkierungen **A1** **A1** angezeigt.

Diese Norm enthält neben den gesetzlichen Einheiten auch die Einheit „psi“, die im Deutschen Normenwerk nicht zugelassen ist. Es wird jedoch ausdrücklich darauf hingewiesen, dass die Anwendung dieser Einheit im nationalen amtlichen und geschäftlichen Verkehr aufgrund des Gesetzes über Einheiten im Messwesen nicht zulässig ist. Die Angabe dieser Einheit dient lediglich als Hilfe im amtlichen und geschäftlichen Verkehr (z. B. bei Einfuhr und Ausfuhr) mit solchen Staaten, die diese Einheiten anwenden.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 661	siehe DIN EN ISO 661
ISO 835	siehe DIN EN ISO 835
ISO 1042	siehe DIN EN ISO 1042
ISO 4788	siehe DIN EN ISO 4788
ISO 5555	siehe DIN EN ISO 5555
ISO 5725-1	siehe DIN ISO 5725-1
ISO 5725-2	siehe DIN ISO 5725-2

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 15753:2006-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) im Abschnitt 1 wurde vor dem letzten Absatz eine Anmerkung eingefügt;
- b) in den Unterabschnitten 6.10, 6.13, 6.18 und 6.20 wurden Literaturhinweise (ISO 4788, ISO 835, ISO 7712 und ISO 1042) aufgenommen;
- c) Aufnahme von ISO 835, ISO 1042, ISO 4788 und ISO 7712 im Anhang Literaturhinweise.

Frühere Ausgaben

DIN EN ISO 15753: 2006-12

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 661, *Tierische und pflanzliche Fette und Öle — Vorbereitung der Untersuchungsproben*

DIN EN ISO 835, *Laborgeräte aus Glas — Messpipetten*

DIN EN ISO 1042, *Laborgeräte aus Glas — Meßkolben*

DIN EN ISO 4788, *Laborgeräte aus Glas — Messzylinder und Mischzylinder*

DIN EN ISO 5555, *Tierische und pflanzliche Fette und Öle — Probenahme*

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe*

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*

— Leerseite —

Deutsche Fassung

**Tierische und pflanzliche Fette und Öle –
Bestimmung von polycyclischen aromatischen
Kohlenwasserstoffen (ISO 15753:2006 + Amd 1:2011)**

Animal and vegetable fats and oils - Determination of
polycyclic aromatic hydrocarbons -
(ISO 15753:2006 + Amd 1:2011)

Corps gras d'origines animale et végétale - Détermination
des hydrocarbures aromatiques polycycliques-
(ISO 15753:2006 + Amd 1:2011)

Diese Europäische Norm wurde von CEN am 19. August 2006 angenommen.

Die Änderung A1 wurde vom CEN am 29. Juli 2011 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen diese Änderung in der betreffenden nationalen Norm, ohne jede Änderung, einzufügen ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum des CEN-CENELEC oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Änderung 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 des CEN-CENELEC 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
Vorwort der Änderung A1	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	4
5 Reagenzien und Materialien	5
6 Prüfeinrichtung	6
7 Probenahme	8
8 Probenvorbereitung	8
9 Durchführung für die Bestimmung von PAKs aus Fetten und Ölen: Allgemeines Verfahren	8
9.1 Einleitende Bemerkungen	8
9.2 Blindprobe	9
9.3 Bestimmung der Werte für die Wiederfindungsrate (ohne Matrix)	9
9.4 Extraktion (Flüssig-flüssig-Extraktion)	9
9.5 Reinigung auf einer Kartusche mit C18-gebundener Phase (Fest-flüssig-Extraktion)	9
9.6 Reinigung auf einer Kartusche mit Florisil-gebundener Phase (Fest-flüssig-Extraktion)	10
10 Durchführung für die Bestimmung von PAKs aus Fetten und Ölen: Verfahren speziell für Kokosfett	11
10.1 Erste Extraktion (Flüssig-flüssig-Extraktion)	11
10.2 Zweite Extraktion (Flüssig-flüssig-Extraktion)	11
10.3 Reinigung auf einer Kartusche mit C18-gebundener Phase (Fest-flüssig-Extraktion)	11
10.4 Reinigung auf einer Kartusche mit Florisil-gebundener Phase (Fest-flüssig-Extraktion)	12
11 Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC)	13
11.1 Betriebsbedingungen	13
11.2 Nachweisparameter	13
11.3 Analyse der Proben und Standards	15
11.4 Bestätigung des Vorliegens von PAKs	16
12 Auswertung	16
13 Präzision	16
13.1 Ringversuch	16
13.2 Wiederholpräzision	17
13.3 Vergleichpräzision	17
14 Untersuchungsbericht	17
Anhang A (informativ) Werte für die Wiederfindungsrate, Fließschemata, Chromatogramme und Reihenfolge der Injektionen	18
Anhang B (informativ) Statistische und andere aus den Ergebnissen des Ringversuchs abgeleitete Daten	23
Literaturhinweise	26

Vorwort

Der Text von ISO 15753:2006 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 15753:2011 durch das Technische Komitee CEN/TC 307 „Ölsamen, tierische und pflanzliche Fette und Öle und deren Nebenprodukte - Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ übernommen, dessen Sekretariat vom AFNOR gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis März 2007, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis März 2007 zurückgezogen werden.

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

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, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 15753:2006 wurde vom CEN als EN ISO 15753:2011 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort der Änderung A1

Dieses Dokument (EN ISO 15753:2006/A1:2011) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 307 „Ölsamen, tierische und pflanzliche Fette und Öle und deren Nebenprodukte — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom AFNOR gehalten wird.

Diese Änderung zur Europäischen Norm EN ISO 15753:2006 muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Februar 2012, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Februar 2012 zurückgezogen werden.

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

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.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 15753:2006/Amd.1:2011 wurde vom CEN als EN ISO 15753:2006/A1:2011 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm beschreibt zwei Verfahren zur Bestimmung von 15 polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAKs) in tierischen und pflanzlichen Fetten und Ölen:

- ein allgemeines Verfahren und
- ein Verfahren, speziell für Kokosfett und Pflanzenöle mit kurzkettigen Fettsäuren.

Diese Verfahren sind bei leicht flüchtigen Verbindungen, wie z. B. Naphthalin, Acenaphthen und Fluoren nicht quantitativ. Aufgrund von Störungen, die durch die Matrix selbst bedingt sind, können Palmöl und Oliventresteröl nicht mit diesem Verfahren analysiert werden.

ANMERKUNG Die Ergebnisse für Oliventresteröl in Anhang B zeigen, dass dieses Verfahren nicht für diese Ölart anwendbar ist. Die ermittelten Präzisionsdaten sind sehr schlecht. 

Die Bestimmungsgrenze beträgt bei fast allen analysierten Verbindungen 0,2 µg/kg, mit Ausnahme von Fluoranthen und Benzo(*g,h,i*)perylen, deren Bestimmungsgrenze bei 0,3 µg/kg liegt, sowie Indeno(1,2,3-*c,d*)pyren mit einer Bestimmungsgrenze von 1 µg/kg.

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).

ISO 661, *Animal and vegetable fats and oils — Preparation of test sample*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gilt der folgende Begriff.

3.1

polycyclischer aromatischer Kohlenwasserstoff PAK

Verbindung, die zwei oder mehr kondensierte (miteinander verbundene) aromatische Kohlenwasserstoffringe enthält und deren Gehalt, der nach dem in dieser Internationalen Norm festgelegten Verfahren bestimmt werden kann

ANMERKUNG 1 Der Gehalt wird in Mikrogramm je Kilogramm angegeben.

ANMERKUNG 2 Im Allgemeinen werden PAKs in leichte PAKs mit zwei bis vier aromatischen Ringen, und in schwere PAKs mit fünf oder mehr aromatischen Ringen unterteilt.

BEISPIELE Leichte PAKs umfassen: Naphthalin (CAS-Nr. [91-20-3]), Acenaphthen (CAS-Nr. [83-32-9]), Acenaphthylen (CAS-Nr. [208-96-8]), Fluoren (CAS-Nr. [86-73-7]), Anthracen (CAS-Nr. [120-12-7]), Phenantren (CAS-Nr. [85-01-8]), Fluoranthen (CAS-Nr. [206-44-0]), Chrysen (CAS-Nr. [218-01-9]), Benz(*a*)anthracen (CAS-Nr. [56-55-3]), Pyren (CAS-Nr. [129-00-0]).

Schwere PAKs umfassen: Benzo(*a*)pyren (CAS-Nr. 50-32-8]), Benzo(*b*)fluoranthen (CAS-Nr. [205-99-2]), Benzo(*k*)fluoranthen (CAS-Nr. [207-08-9]), Benzo(*g,h,i*)perylen (CAS-Nr. [191-24-2]), Dibenz(*a,h*)anthracen (CAS-Nr. [53-70-3]), Indeno(1,2,3-*c,d*)pyren (CAS-Nr. [193-39-5]).

4 Kurzbeschreibung

Die polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffe werden mit einem Acetonitril-Aceton-Gemisch extrahiert, gefolgt von einer Reinigung auf Kartuschen mit C18-Umkehrphase und anschließend auf Kartuschen mit Florisil-gebundener Phase. Die Bestimmung des Gehalts der einzelnen polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffe nach der Trennung wird durch Hochdruck-Flüssigkeitschromatographie (HPLC) und Messung der Fluoreszenz bei verschiedenen Anregungs- und Emissionswellenlängen erreicht.

5 Reagenzien und Materialien

WARNUNG — Die Vorschriften, in denen die Handhabung von Gefahrstoffen behandelt wird, sind zu beachten. Maßnahmen hinsichtlich der technischen, organisatorischen und persönlichen Sicherheit sind einzuhalten.

Falls nicht anders angegeben, sind nur Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit zu verwenden.

Die Qualität der Lösungsmittel ist vor dem Gebrauch durch Konzentrieren des Lösungsmittels etwa 1 000 fach durch Eindampfen und Analysieren des Konzentrates durch HPLC (300 ml bis 300 µl) zu überprüfen. Im Elutionsbereich der PAKs muss das Chromatogramm frei von Peaks sein.

5.1 Methanol, zur „Rückstandsanalyse“¹⁾.

5.2 Hexan, für die HPLC¹⁾.

5.3 Acetonitril, für die HPLC¹⁾.

5.4 Aceton, für die HPLC¹⁾.

5.5 Dichlormethan, für die HPLC¹⁾.

5.6 Toluol (Toluol), für die HPLC¹⁾.

5.7 Wasser, für die HPLC¹⁾.

5.8 Tetrahydrofuran, für die HPLC¹⁾.

5.9 Lösemittelgemisch 1: Acetonitril/Aceton (Volumenanteile 60 %/40 %).

Je Probe verwendete Menge: bei dem allgemeinen Verfahren 41 ml, bei dem Verfahren speziell für Kokosfett 36 ml.

5.10 Lösemittelgemisch 2: Acetonitril/Aceton (Volumenanteile 80 %/20 %).

Je Probe verwendete Menge: bei dem Verfahren speziell für Kokosfett 2 × 11 ml.

5.11 Lösemittelgemisch 3: Hexan/Dichlormethan (Volumenanteile 75 %/25 %).

Je Probe verwendete Menge: bei dem allgemeinen Verfahren 7 ml, bei dem Verfahren speziell für Kokosfett 2 × 7 ml.

5.12 Gemisch aus Tetrahydrofuran/Methanol (Volumenanteile 50 %/50 %).

¹⁾ Dies kann zum Beispiel von Baker geliefert werden.

Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Internationalen Norm und bedeutet keine Anerkennung der genannten Produkte durch ISO. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu identischen Ergebnissen führen.