

DIN EN ISO 15753

ICS 67.200.10

Ersatz für
DIN EN ISO 15753:2011-11

**Tierische und pflanzliche Fette und Öle –
Bestimmung von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen
(ISO 15753:2016);
Deutsche Fassung EN ISO 15753:2016**

Animal and vegetable fats and oils –
Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons (ISO 15753:2016);
German version EN ISO 15753:2016

Corps gras d'origines animale et végétale –
Détermination des hydrocarbures aromatiques polycycliques (ISO 15753:2016);
Version allemande EN ISO 15753:2016

Gesamtumfang 31 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 15753:2016) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ (Sekretariat: AFNOR, Frankreich) 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 von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-05-05 AA „Gemeinschaftsausschuss für die Analytik von Fetten, Ölen, Fettprodukten, verwandten Stoffen und Rohstoffen“ (GA Fett) der Deutschen Gesellschaft für Fettwissenschaft (DGF) und des DIN-Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL).

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 15753:2011-11 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Milch und Milcherzeugnisse (oder Fett aus Milch und Milcherzeugnissen) wurden vom Anwendungsbereich dieser Norm ausgenommen;
- b) Norm redaktionell überarbeitet und den derzeit gültigen Gestaltungsregeln angepasst.

Frühere Ausgaben

DIN EN ISO 15753: 2006-12, 2011-11

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

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 die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

— Leerseite —

Deutsche Fassung

Tierische und pflanzliche Fette und Öle —
Bestimmung von polycyclischen aromatischen
Kohlenwasserstoffen
(ISO 15753:2016)

Animal and vegetable fats and oils —
Determination of polycyclic aromatic
hydrocarbons
(ISO 15753:2016)

Corps gras d'origines animale et végétale —
Détermination des hydrocarbures aromatiques
polycycliques
(ISO 15753:2016)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 11. März 2016 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-CENELEC 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, 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
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	6
5 Reagenzien und Materialien	6
6 Geräte	7
7 Probenahme	8
8 Probenvorbereitung	9
9 Durchführung für die Bestimmung von PAKs aus Fetten und Ölen: Allgemeines Verfahren	9
9.1 Einleitende Bemerkungen	9
9.2 Blindprobe	9
9.3 Bestimmung der Werte für die Wiederfindungsrate (ohne Matrix)	9
9.4 Extraktion (Flüssig-flüssig-Extraktion)	10
9.5 Reinigung auf einer C18-Festphasenkartusche (Fest-flüssig-Extraktion)	10
9.6 Reinigung auf einer Florisil-Festphasenkartusche (Fest-flüssig-Extraktion)	11
10 Durchführung für die Bestimmung von PAKs aus Fetten und Ölen: Spezielles Verfahren für Kokosfett	12
10.1 Erste Extraktion (Flüssig-flüssig-Extraktion)	12
10.2 Zweite Extraktion (Flüssig-flüssig-Extraktion)	12
10.3 Reinigung auf einer C18-Festphasenkartusche (Fest-flüssig-Extraktion)	12
10.4 Reinigung auf einer Florisil-Festphasenkartusche (Fest-flüssig-Extraktion)	13
11 Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC)	14
11.1 Betriebsbedingungen	14
11.2 Nachweisparameter	15
11.3 Analyse der Proben und Standards	16
11.4 Bestätigung des Vorliegens von PAKs	17
12 Auswertung	17
13 Präzision	17
13.1 Ringversuch	17
13.2 Wiederholpräzision	18
13.3 Vergleichpräzision	18
14 Untersuchungsbericht	18
Anhang A (informativ) Werte für die Wiederfindungsrate, Fließschemata, Chromatogramme und Reihenfolge der Injektionen	19
Anhang B (informativ) Ringversuchsergebnisse	24
Literaturhinweise	27

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 15753:2016) 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 Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Oktober 2016, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Oktober 2016 zurückgezogen werden.

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

Dieses Dokument ersetzt EN ISO 15753:2006, EN ISO 15753/A1:2011.

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

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 15753:2016 wurde vom CEN als EN ISO 15753:2016 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der empfangenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: Foreword - Supplementary information.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 34, *Food products*, Unterkomitee SC 11, *Animal and vegetable fats and oils*.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 15753:2006), die geringfügig geändert wurde. Sie beinhaltet auch die Änderung ISO 15753:2006/Amd 1:2011.

Im Anwendungsbereich ist eine Angabe zur Nichtanwendbarkeit für Milch und Milchprodukte aufgenommen worden.

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;
- ein spezielles Verfahren 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.

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

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

Milch und Milcherzeugnisse (oder Fett aus Milch und Milcherzeugnissen) sind vom Anwendungsbereich dieser Internationalen Norm ausgenommen.

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).

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 zum Begriff: Der Gehalt wird in Mikrogramm je Kilogramm angegeben.

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

BEISPIEL 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*)perylene (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 C18-Umkehrphasenkartuschen und anschließend auf Florisil-Festphasenkartuschen. 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 sollten eingehalten werden.

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

Die Qualität der Lösemittel ist vor dem Gebrauch durch Konzentrieren des Lösemittels 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, 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 speziellen Verfahren für Kokosfett 36 ml.

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

Je Probe verwendete Menge: bei dem speziellen Verfahren 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 speziellen Verfahren für Kokosfett 2 × 7 ml.

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

1) Dies kann zum Beispiel von Baker geliefert werden. Die Angabe in dieser Fußnote dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Dokumentes und bedeutet keine Anerkennung der genannten Produkte durch ISO. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu den gleichen Ergebnissen führen.