

DIN EN 12823-1

ICS 67.050

EntwurfEinsprüche bis 2012-06-10
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 12823-1:2000-07

**Lebensmittel –
Bestimmung von Vitamin A mit
Hochleistungs-Flüssigchromatographie –
Teil 1: Bestimmung von all-trans-Retinol und 13-cis-Retinol;
Deutsche Fassung prEN 12823-1:2012**

Foodstuffs –

Determination of vitamin A by high performance liquid chromatography –
Part 1: Measurements of all-trans-retinol and 13-cis-retinol;
German version prEN 12823-1:2012

Produits alimentaires –

Dosage de la vitamine A par chromatographie liquide haute performance –
Partie 1: Dosage du tout-trans-rétinol et du 13-cis-rétinol;
Version allemande prEN 12823-1:2012

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2012-04-10 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

vorzugsweise als Datei per E-Mail an nal@din.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
oder online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de, sofern dort wiedergegeben;
oder in Papierform an den Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN, 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 18 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 12823-1:2012) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 275 „Lebensmittelanalytik - Horizontale Verfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-01-13 AA „Vitamine und Carotinoide“ im Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 12823-1:2000-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Anwendungsbereich erweitert;
- b) redaktionell überarbeitet.

Lebensmittel — Bestimmung von Vitamin A mit Hochleistungs-Flüssigchromatographie — Teil 1: Bestimmung von all-trans-Retinol und 13-cis-Retinol

Produits alimentaires — Dosage de la vitamine A par chromatographie liquide haute performance — Partie 1: Dosage du tout-trans-rétinol

Foodstuffs — Determination of vitamin A by high performance liquid chromatography — Part 1: Measurement of all-trans-retinol and 13-cis-retinol

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: CEN-Umfrage
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.4e - RC2

Inhalt

Seite

Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung	4
4 Chemikalien	4
5 Geräte	7
6 Durchführung	8
7 Berechnung	10
8 Präzision	11
9 Untersuchungsbericht	12
Anhang A (informativ) Beispiele für HPLC-Chromatogramme	13
Anhang B (informativ) Präzisionsdaten	14
Anhang C (informativ) Alternative HPLC-Systeme	15

Vorwort

Dieses Dokument (prEN 12823-1:2012) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 275 „Lebensmittelanalytik - Horizontale Verfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 12823-1:2000 ersetzen.

Diese Europäische Norm EN 12823 „Lebensmittel — Bestimmung von Vitamin A mit Hochleistungs-Flüssigchromatographie“ besteht aus zwei Teilen:

— Teil 1: Bestimmung von *all-trans*-Retinol und 13-*cis*-Retinol

— Teil 2: Bestimmung von β -Carotin

Diese Europäische Norm ist die Grundlage für Analyseverfahren. Es ist vorgesehen, dass der Analytiker anhand dieser Rahmenbedingungen seine eigene Untersuchungsweise wählt, die in Übereinstimmung mit dieser standardisierten Vorgehensweise ist.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung von Vitamin A in Lebensmitteln mit Hochleistungs-Flüssigchromatographie (HPLC) fest. Diese Bestimmung wurde in einem Ringversuch an Margarine und Milchpulver mit 635 µg/100 g bis 729 µg/100 g all-(E)-Retinol, und mit 30 µg/100 g bis 39 µg/100 g 13-Z-Retinol validiert. Die Bestimmung des Vitamin A-Gehaltes erfolgt durch Bestimmung von all-E-Retinol, von 13-Z-Retinol sowie von β-Carotin. Dieser Teil enthält die Bestimmung von all-E-Retinol und 13-Z-Retinol.

Der in diesem Verfahren nach der Verseifung gewonnene Extrakt kann für die Bestimmung des β-Carotins verwendet werden, wie in EN 12823-2:2000 *Lebensmittel — Bestimmung von Vitamin A mit Hochleistungs-Flüssigchromatographie — Teil 2: Bestimmung von β-Carotin* beschrieben. In diesem Fall sollte die Verseifungstemperatur 80 °C möglichst nicht überschreiten, um eine Isomerisierung und Oxidation von β-Carotin zu vermeiden.

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).

EN ISO 3696, *Wasser für analytische Laborzwecke - Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696)*

3 Kurzbeschreibung

Retinol wird aus Lebensmitteln durch Verseifung mit ethanolischer oder methanolischer Kaliumhydroxidlösung freigesetzt; danach wird das Retinol mit einem Lösemittel extrahiert und mit Hochleistungs-Flüssigchromatographie mit Fluoreszenz- (F) oder Ultraviolett (UV)-Detektion bestimmt. Die Substanzen werden anhand ihrer Retentionszeiten identifiziert und mit externen Standards über die Peakflächen bzw. Peakhöhen bestimmt, siehe [1] bis [4].

4 Chemikalien

Falls nicht anders angegeben, werden bei der Analyse nur Chemikalien von bekannter analytischer Reinheit und Wasser von mindestens Qualität 1 nach EN ISO 3696 verwendet.

4.1 Methanol

4.2 Ethanol, absolut, Volumenanteil $\varphi(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 100 \%$

4.3 Ethanol, $\varphi(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 96 \%$

4.4 Natriumsulfat, wasserfrei

4.5 Kaliumhydroxid-Lösung zur Verseifung, in geeigneten Massenkonzentrationen, z. B. $\rho(\text{KOH}) = 50 \text{ g}/100 \text{ ml}$ oder 60 g/100 ml, oder alkoholische Lösungen, z.B. 28 g KOH in 100 ml einer Ethanol/Wasser-Mischung (9 + 1)(V + V)

4.6 Antioxidantien, wie z. B. Ascorbinsäure (AS), Natriumascorbat, Natriumsulfid (Na_2S) oder Butylhydroxytoluol (BHT), Pyrogallol oder Hydroxychinon

4.7 Lösemittel und Extraktionsmittel, wie z. B. Diethylether (peroxidfrei), Diisopropylether, Petroleumbenzin (Siedebereich 40 °C bis 60 °C), *n*-Hexan, Butanol oder geeignete Mischungen davon