

DIN EN 14526:2026-06 (D)

Lebensmittel - Bestimmung von Toxinen der Saxitoxingruppe in Schalentieren - HPLC-Verfahren mit Vorsäulenderivatisierung und Peroxid- oder Periodatoxidation; Deutsche Fassung EN 14526:2026

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort.....	8
Einleitung	9
1 Anwendungsbereich.....	10
2 Normative Verweisungen	11
3 Begriffe	11
4 Kurzbeschreibung.....	11
5 Reagenzien	15
6 Geräte.....	19
7 Durchführung	21
7.1 Probenvorbereitung.....	21
7.2 Extraktionsverfahren.....	21
7.3 Probenreinigung.....	22
7.3.1 SPE-C18-Reinigung	22
7.3.2 SPE-COOH-Reinigung (Fraktionierung)	22
7.3.3 Alternative Reinigung durch SPE mit schwachem Kationenaustauscher [2] [11]	23
7.4 Umwandlung von GTX6 in NEO und/oder C3,4 in GTX1,4.....	24
7.4.1 Allgemeines.....	24
7.4.2 Hydrolyse der SPE-COOH-Fraktion 1 oder 2.....	24
7.5 Oxidationsverfahren	25
7.5.1 Allgemeines.....	25
7.5.2 Periodatoxidation	25
7.5.3 Peroxidoxidation.....	26
8 HPLC-Bestimmung	26
9 Kalibrierkurve.....	29
10 Identifizierung.....	29
11 Berechnung	29
11.1 Allgemeines.....	29
11.2 Berechnungsverfahren mit der Standardkalibrierkurve	30
11.3 Berechnung von GTX1,4 in der Gegenwart von GTX2,3 und dcGTX2,3.....	31
11.3.1 Allgemeines.....	31
11.3.2 Verfahren 1.....	32
11.4 Berechnung von NEO in der Gegenwart von dcSTX.....	33
11.4.1 Allgemeines.....	33
11.4.2 Verfahren 2.....	34
11.5 Berechnung von NEO in der Gegenwart von dcSTX, dcNEO und STX.....	35
11.5.1 Allgemeines.....	35
11.5.2 Verfahren 3.....	36
11.6 Berechnung von dcNEO in der Gegenwart von dcSTX	37
11.6.1 Allgemeines.....	37
11.6.2 Verfahren 4.....	38

11.7	Berechnung von C3,4.....	39
11.8	Berechnung von GTX6	39
11.9	Umwandlung zu STX-2HCl-Äquivalenten	39
12	Qualitätskontrolle.....	40
12.1	Allgemeines.....	40
12.2	Annahmekriterien für Analysenreihen	40
12.3	Gesamtwiederfindung	41
13	Verifizierung.....	41
14	Untersuchungsbericht	42
Anhang A (informativ) Präzisionsdaten.....		43
A.1	Ringversuch, von Health Canada (2001) organisiert	43
A.2	Leistungsprüfung für die Gesamtoxität, vom Community Reference Laboratory of Marine Biotoxins (CRLMB) 2006 organisiert	45
A.3	Bestimmung von PSP-Toxinen in Schalentieren einschließlich GTX6 nach der Hydrolyse, organisiert vom Community Reference Laboratory of Marine Biotoxins (CRLMB) ⁸ 2007.....	46
A.4	Erweiterung der Validierung einschließlich dcGTX2,3 und dcNEO, organisiert von Community Reference Laboratory of Marine Biotoxins (CRLMB) ⁸ 2008.....	47
Anhang B (informativ) Chromatogramme.....		74
Anhang C (normativ) Alternative Berechnungsverfahren		78
C.1	Allgemeines.....	78
C.2	Berechnung von GTX1,4 in der Gegenwart von GTX2,3 und dcGTX2,3	78
C.3	Berechnung von NEO in der Gegenwart von dcSTX.....	82
C.4	Berechnung von NEO in der Gegenwart von dcSTX, dcNEO und STX.....	85
C.5	Berechnung von dcNEO in der Gegenwart von dcSTX.....	86
Literaturhinweise.....		88

Bilder

Bild 1	— Reaktionsprodukte nach der Derivatisierung mit Peroxid und Periodat (die Peaks für die Quantifizierung sind mit Pfeilen gekennzeichnet).....	14
Bild 2	— Schematische Übersicht zu der Verfahrensweise.....	28
Bild 3	— Chromatogramme, die die Berechnung von GTX1,4 in der Gegenwart von GTX2,3 und dcGTX2,3 erläutern.....	32
Bild 4	— Chromatogramme, die die Berechnung von NEO in Gegenwart von dcSTX erläutern.....	34
Bild 5	— Chromatogramme, die die Berechnung von NEO in der Gegenwart von dcSTX, dcNEO und STX erläutern	36
Bild 6	— Chromatogramme, die die Berechnung von dcNEO in Gegenwart von dcSTX erläutern	38
Bild B.1	— Chromatogramm Mix 1 (GTX1,4 und NEO) nach Periodatoxidation — 1 µM (siehe Tabelle 3)	75
Bild B.2	— Chromatogramm Mix 2 (dcGTX2,3, C1,2, dcSTX, GTX2,3, GTX5 und STX) nach Periodatoxidation — 1 µM (siehe Tabelle 3).....	75
Bild B.3	— Chromatogramm Mix 3 (dcNEO) nach Periodatoxidation — 1 µM (siehe Tabelle 3).....	76
Bild B.4	— Chromatogramm Mix 4 (C3,4 und GTX6) nach Periodatoxidation — 1 µM (siehe Tabelle 3)	76

Bild B.5 — Chromatogramm Alle Toxine (GTX1,4, NEO, dcGTX2,3, C1,2, dcSTX, GTX2,3, GTX5, STX, dcNEO, C3,4 und GTX6) nach Periodatoxidation — 0,25 µM.....	77
Bild B.6 — Chromatogramm Mix 2 (dcGTX2,3, C1,2, dcSTX, GTX2,3, GTX5 und STX) nach Peroxidoxidation — 1 µM (siehe Tabelle 3)	77
Tabellen	
Tabelle 1 — Niedrigste validierte Werte.....	10
Tabelle 2 — Reaktionsprodukte nach der Periodat- oder Peroxidoxidation	12
Tabelle 3 — Beispiel für geeignete Zusammensetzungen und Konzentrationen für jedes PSP-Toxin in vier Stammlösungsgemischen.....	17
Tabelle 4 — Vergleich der Fraktionierbedingungen.....	24
Tabelle 5 — Empfohlener Gradient der mobilen Phase bei einem Durchfluss von 2 ml/min.....	27
Tabelle 6 — Für die verschiedenen Toxinzusammensetzungen anzuwendende Berechnung.....	29
Tabelle 7 — Toxizitätsäquivalenzfaktoren (TEF) der PSP-Toxine	40
Tabelle 8 — Kriterien der Verfahrensleistung für die Analysenserie	41
Tabelle 9 — Zu überprüfende Kriterien der Verfahrensleistung.....	41
Tabelle A.1 — Probeneigenschaften.....	44
Tabelle A.2 — Probeneigenschaften aus der Leistungsprüfung.....	46
Tabelle A.3 — Probeneigenschaften.....	47
Tabelle A.4 — Probeneigenschaften.....	48
Tabelle A.5 — Präzisionsdaten für STX nach der SPE-C18-Reinigung aus dem Ringversuch A.1.....	49
Tabelle A.6 — Präzisionsdaten für STX nach der SPE-COOH-Reinigung aus dem Ringversuch A.1.....	50
Tabelle A.7 — Präzisionsdaten für NEO nach der SPE-C18-Reinigung aus dem Ringversuch A.1.....	51
Tabelle A.8 — Präzisionsdaten für NEO nach der SPE-COOH-Reinigung aus dem Ringversuch A.1.....	52
Tabelle A.9 — Präzisionsdaten für dcSTX nach der SPE-C18-Reinigung aus dem Ringversuch A.1.....	53
Tabelle A.10 — Präzisionsdaten für dcSTX nach der SPE-COOH-Reinigung aus dem Ringversuch A.1.....	54
Tabelle A.11 — Präzisionsdaten für GTX1,4 (zusammen) nach der SPE-C18-Reinigung aus dem Ringversuch A.1.....	55
Tabelle A.12 — Präzisionsdaten für GTX1,4 (zusammen) nach der SPE-COOH-Reinigung aus dem Ringversuch A.1.....	56
Tabelle A.13 — Präzisionsdaten für GTX2,3 (zusammen) nach der SPE-C18-Reinigung aus dem Ringversuch A.1.....	57

Tabelle A.14 — Präzisionsdaten für GTX2,3 (zusammen) nach der SPE-COOH-Reinigung aus dem Ringversuch A.1	58
Tabelle A.15 — Präzisionsdaten für GTX5 nach der SPE-C18-Reinigung aus dem Ringversuch A.1	59
Tabelle A.16 — Präzisionsdaten für GTX5 nach der SPE-COOH-Reinigung aus dem Ringversuch A.1	60
Tabelle A.17 — Präzisionsdaten für C1,2 (zusammen) nach der SPE-C18-Reinigung aus dem Ringversuch A.1	61
Tabelle A.18 — Präzisionsdaten für C1,2 (zusammen) nach der SPE-COOH-Reinigung aus dem Ringversuch A.1	62
Tabelle A.19 — Präzisionsdaten für C3,4 (zusammen) nach der SPE-COOH-Reinigung aus dem Ringversuch A.1	63
Tabelle A.20 — Präzisionsdaten für Parallelblindwertproben nach der SPE-C18-Reinigung aus dem Ringversuch A.1	64
Tabelle A.21 — Präzisionsdaten für Parallelblindwertproben nach der SPE-COOH-Reinigung aus dem Ringversuch A.1	65
Tabelle A.22 — Präzisionsdaten für die Gesamtoxizität aus der Leistungsprüfung A.2	66
Tabelle A.23 — Präzisionsdaten für die Gesamtoxizität für die Parallelblindwertproben aus der Leistungsprüfung A.2	67
Tabelle A.24 — Präzisionsdaten für dcGTX2,3 aus dem Ringversuch A.3 und A.4.....	68
Tabelle A.25 — Präzisionsdaten für C1,2 aus dem Ringversuch A.3 und A.4.....	69
Tabelle A.26 — Präzisionsdaten für dcSTX aus dem Ringversuch A.3 und A.4	70
Tabelle A.27 — Präzisionsdaten für GTX5 aus dem Ringversuch A.3 und A.4.....	71
Tabelle A.28 — Präzisionsdaten für dcNEO aus dem Ringversuch A.4.....	71
Tabelle A.29 — Präzisionsdaten für GTX6 aus dem Ringversuch A.3 und A.4.....	72
Tabelle A.30 — Präzisionsdaten für die Gesamtoxizität aus dem Ringversuch A.3 und A.4	72
Tabelle A.31 — Präzisionsdaten für die Parallelblindwertprobe aus dem Ringversuch A.4.....	73