DIN EN ISO 9167:2020-03 (D)

Rapssamen und Rapsschrot - Bestimmung des Glucosinolatgehaltes - Verfahren mittels Hochleistungsflüssigchromatographie (ISO 9167:2019); Deutsche Fassung EN ISO 9167:2019

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort 4

Vorwort 5

Einleitung 6

1 Anwendungsbereich 7

2 Normative Verweisungen 7

3 Begriffe 7

4 Kurzbeschreibung 8

5 Reagenzien 8

6 Geräte 10

7 Probenahme 12

8 Vorbereitung der Untersuchungsprobe 12

9 Durchführung 12
9.1 Einwaage 12
9.2 Extraktion der Glucosinolate 12
9.3 Blindversuch 13
9.4 Herstellung der Ionenaustauschersäulen 13
9.5 Reinigung und Desulfatierung 13
9.6 Chromatographie mit Gradientenelution 14

10 Angabe der Ergebnisse 15
10.1 Berechnung des Gehalts der einzelnen Glucosinolate 15
10.2 Relative Proportionalitätsfaktoren 16
10.3 Berechnung des Gesamtgehalts an Glucosinolaten 17

11 Präzision 17
11.1 Ringversuch 17
11.2 Wiederholpräzision 17
11.3 Vergleichpräzision 17

12 Untersuchungsbericht 17

Anhang A (informativ) Ergebnisse von Ringversuchen — HPLC-Verfahren mit Gradientenelution 18

Anhang B (normativ) Überprüfung des Titers der hergestellten internen Standardlösung 20
B.1 Bestimmung der Reinheit 20
B.2 Bestimmung des Titers 20
B.3 Relative Proportionalitätsfaktoren 20

Anhang C (normativ) Herstellung und Prüfung einer gereinigten Sulfatase-Lösung und Überprüfung des Desulfatierungsschritts an Ionenaustauschersäulen 21
C.1 Allgemeines 21
C.2 Kurzbeschreibung 21
C.3 Reagenzien und Geräte 21

C.4 Durchführung 22

Anhang D (informativ) Qualifizierung der Leistungskriterien von HPLC-System und -Säule 26
D.1 Allgemeines 26
D.2 Durchführung 26
D.3 Eignung des Systems 26

Anhang E (informativ) Elution im isokratischen Modus 28
E.1 Interner Standard 28
E.2 Mobile Phasen für die isokratische Elution 28
E.3 Säule für die isokratische Elution 28
E.4 Chromatographie mit isokratischer Elution (vereinfachtes Verfahren) 29
E.5 Angabe der Ergebnisse 31
E.6 Berechnung des Gesamtgehalts an Glucosinolaten 32
E.7 Präzision 32
E.8 Untersuchungsbericht 33
E.9 Ergebnisse des Ringversuchs für das HPLC-Verfahren mit isokratischer Elution 33

Literaturhinweise 35