

E DIN EN 15742:2018-09 (D/E)

Erscheinungsdatum: 2018-07-27

Futtermittel - Probenahme- und Untersuchungsverfahren - Bestimmung von OCPs mittels GC/ECD; Deutsche und Englische Fassung prEN 15742:2018

Animal feeding stuffs - Methods of sampling and analysis - Determination of OCPs by GC/ECD; German and English version prEN 15742:2018

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	7
5 Reagenzien und Materialien	7
5.1 Allgemeines	7
5.2 Chemikalien	7
5.3 Stammlösungen, 100 µg/ml	10
5.4 Stammlösungsgemische	10
5.4.1 OCP-Stammlösungsgemisch (ohne Endosulfan und Toxaphen)	10
5.4.2 Endosulfan-Stammlösungsgemisch	11
5.4.3 Toxaphen-Stammlösungsgemisch, 10,0 µg/ml	12
5.4.4 Stammlösung des Internen PCB 198-Standards, 2,0 µg/ml	12
5.4.5 Stammlösung des Internen PCB 209-Standards, 2,0 µg/ml	12
5.5 Standardlösungsgemisch	12
5.5.1 OCP-Standardlösungsgemisch	12
5.5.2 Endosulfan-Standardlösungsgemisch	12
5.5.3 Toxaphen-Standardlösungsgemisch, 0,5 µg/ml	12
5.6 Lösungen des Internen Standards	12
5.6.1 PCB 198, 0,1 µg/ml	12
5.6.2 PCB 209, 0,1 µg/ml	13
5.7 GC-Standardlösungen — GC-Standard für OCP, Endosulfan, Toxaphen	13
5.8 Reines Futtermittel	14
5.9 Glaswolle	14
6 Geräte	14
6.1 Allgemeines	14
6.2 Analysenwaage, Fehlergrenze 0,01 mg	14
6.3 Analysenwaage, Fehlergrenze 10 mg	14
6.4 Röhrchen, 50 ml	14
6.5 Mechanisches Schüttelgerät	14
6.6 Verdampfungssystem, ausgerüstet mit 10-ml-Messglasröhrchen und Stickstoffgas	14
6.7 GPC-Reinigungssystem	14
6.7.1 HPLC-Pumpe	14
6.7.2 Automatisches Injektionssystem	14
6.7.3 GPC-Säule	14
6.7.4 Fraktionssammler	15
6.8 GC-ECD	15
6.8.1 Automatisches Injektionssystem	15
6.8.2 Gaschromatograph	15

7	Probenahme.....	15
8	Vorbereitung der Untersuchungsprobe.....	15
9	Durchführung.....	15
9.1	Allgemeines.....	15
9.2	Extraktion.....	16
9.2.1	Futtermittel.....	16
9.2.2	Ölproben.....	16
9.3	Reinigungsverfahren.....	17
9.3.1	Gelpermeationschromatographie-Reinigung.....	17
9.3.2	Säulenchromatographie mit teilweise deaktiviertem Siliciumoxid.....	17
9.4	Gaschromatographie.....	17
9.4.1	Vorbereitung des Systems.....	17
9.4.2	Bestimmung auf der GC-Säule 1 (mittlere Polarität).....	17
9.4.3	Bestimmung auf der GC-Säule 2 (nicht-polar) für die Bestätigung der Verbindungen.....	18
10	Berechnung und Angabe der Ergebnisse.....	18
10.1	Kalibrierkriterien.....	18
10.2	Identifizierung und Bestätigung.....	18
10.3	Berechnung.....	18
10.4	Wiederfindungsrate.....	19
10.5	Identifizierung und Bestätigung.....	20
11	Präzision.....	20
11.1	Ringversuch.....	20
11.2	Wiederholpräzision und Präzision innerhalb der teilnehmenden Laboratorien.....	21
11.3	Vergleichpräzision und Präzision zwischen den teilnehmenden Laboratorien.....	21
12	Untersuchungsbericht.....	22
13	Wichtige Überlegungen zu diesem Verfahren.....	23
13.1	Alternative Extraktionstechniken.....	23
13.2	Menge an Kieselsäure.....	23
13.3	Interne Standards.....	23
	Anhang A (informativ) Ergebnisse der Ringversuche.....	24
	Literaturhinweise.....	25