DIN EN 16162:2012-06 (D)

Futtermittel - Bestimmung von Decoquinat mit Hochleistungs-Flüssigchromatographie (HPLC) und Fluoreszenzdetektion; Deutsche Fassung EN 16162:2012

Inhalt

Seite

Vorwort ... 3
1 Anwendungsbereich ... 5
2 Normative Verweisungen ... 5
3 Kurzbeschreibung ... 5
4 Reagenzien ... 5
5 Geräte ... 7
6 Probenahme ... 7
7 Vorbereitung der Probe ... 7
8 Durchführung ... 7
8.1 Allgemeines ... 7
8.2 Extraktion der Futtermittel (Decoquinatgehalt zwischen 10 mg/kg und 500 mg/kg) ... 7
8.3 Extraktion von Ergänzungsfuttermitteln, Vormischungen und Futtermittelzusatzstoffen (Decoquinatgehalt höher als 500 mg/kg) ... 8
8.4 Extraktion von Futtermittel mit Spuren von Decoquinat (Gehalt geringer als 10 mg/kg) ... 8
8.5 Aufgestockte Futtermittel zur Qualitätskontrolle ... 8
8.5.1 Blindwertprobe des Futtermittels zum Aufstocken auf 30 mg/kg ... 8
8.5.2 Blindwertprobe des Futtermittels zum Aufstocken auf 9 mg/kg ... 8
8.6 HPLC-Parameter ... 8
8.7 Injektionen der Standards und Kalibrierkurve ... 9
8.8 Probenextrakte ... 9
8.9 Bestätigungsverfahren ... 9
9 Berechnungen ... 9
10 Präzision ... 10
10.1 Nachweisgrenze und Bestimmungsgrenze ... 10
10.2 Ringversuch ... 10
10.3 Wiederholpräzision ... 10
10.4 Vergleichpräzision ... 10
11 Untersuchungsbericht ... 11
Anhang A (informativ) Ergebnisse des Ringversuchs ... 12
Anhang B (informativ) Zusätzliche Ergebnisse der Wiederfindung ... 15
B.1 Wiederfindungen während der Einarbeitungsphase ... 15
B.2 Vor-Ringversuch; Wiederfindungsprüfung an einem Milchaustauschfutter ... 16
B.3 Wiederfindungen aus der Validierung des Einzel-Laboratoriums ... 17
Anhang C (informativ) Zusätzliche Ergebnisse für eine Aussage zur Robustheit ... 18
C.1 Robustheit hinsichtlich der Anregungswellenlänge während des abschließenden Ringversuchs ... 18
C.2 Vergleich zwischen gemahlenen und ungemahlenen Proben während des abschließenden Ringversuchs ... 18
C.3 Robustheit aufgrund der Ergebnisse eines Laboratoriums während des Ringversuches ... 19
Anhang D (informativ) HPLC-Parameter und Beispiele für Chromatogramme ... 21
D.1 Allgemeines ... 21
D.2 Beispiel für ein Chromatogramm: Kalibrierpunkt bei 0,6 µg/ml ... 21
D.3 Beispiel für ein Chromatogramm: Handelsübliches Lämmerfutter mit einem Decoquinatgehalt von etwa 50 mg/kg ... 21

D.4 Beispiel für ein Chromatogramm: Gleiches Lämmerfutter wie in D.3, mit einem Decoquinatgehalt von etwa 50 mg/kg 22

Literaturhinweise 23