DIN EN 15741:2020-05 (D)

Futtermittel: Probenahme- und Untersuchungsverfahren - Bestimmung von OCP und PCB mittels GC-MS; Deutsche Fassung EN 15741:2020

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort ... 4

Einleitung ... 5

1 Anwendungsbereich ... 6

2 Normative Verweisungen ... 8

3 Begriffe ... 8

4 Kurzbeschreibung ... 8
4.1 Allgemeines ... 8
4.2 ndl-PCB; Verfahren 1 ... 9
4.3 ndl-PCB; Verfahren 2 ... 9

5 Reagenzien und Materialien ... 9
5.1 Allgemeines ... 9
5.2 Chemikalien ... 10
5.3 Interne Standards (^{13}C massenmarkierte PCB) ... 11
5.4 Standard-Stammlösung der PCB-Kongenere ... 11
5.5 Referenzstandards der OC-Pestizide, wie folgt ... 12
5.6 Kalibrierlösungen ... 14
5.7 Glasfläschchen, 100 ml, mit PTFE-beschichteten Schraubverschlüssen ... 14
5.8 Glaswolle ... 14
5.9 Natriumsulfat, wasserfrei ... 15
5.10 Heliumgas, Reinheitsgrad 5,0 oder höher ... 15
5.11 Stickstoffgas, Reinheitsgrad 5,0 oder höher ... 15
5.12 GC-Probenfläschchen, 2 ml ... 15
5.13 Messglasverdampfungsröhrchen, 50 ml ... 15
5.14 Chromatographieröhrchen, Glas oder PTFE ... 15
5.15 Autosampler-Fläschchen, mit Einspritzteil zur begrenzten Volumenaufgabe ... 15
5.16 Glasröhrchen, etwa 50 ml ... 15
5.17 Glasröhrchen, etwa 4 ml ... 15
5.18 Wasserfreies Natriumsulfat ... 15

6 Geräte ... 15

7 Probenahme ... 20

8 Vorbereitung der Untersuchungsprobe ... 20

9 Durchführung ... 20
9.1 Allgemeines ... 20
9.2 Prüfmengen von Futtermittel- und von Ölproben ... 21
9.2.1 Prüfmenge des Futtermittels ... 21
9.2.2 Prüfmenge von Ölen ... 21
9.3 Extraktion der Futtermittel-Prüfmenge ... 21
9.3.1 Organochlorpestizide und ndl-PCB (Verfahren 1) ... 21
9.3.2 ndl-PCB (Verfahren 2) ... 22
9.4 Reinigung ... 22
9.4.1 Gelpermeationschromatographie-Reinigung ... 22
9.4.2 Vorbereitung des GPC-Systems ... 22

9.4.3 Reinigung 22
9.4.4 Säulenchromatographie mit teilweise deaktivierter Kieselsäure 22
9.5 Gaschromatographie 23
9.5.1 Vorbereitung des Systems 23
9.5.2 Prüfung der Geräteeinstellungen 23
9.5.3 Prüfung der Empfindlichkeit des Systems 23
9.5.4 Bestimmung 23

10 Berechnung und Angabe der Ergebnisse 23
10.1 Allgemeines 23
10.2 Kalibrierkriterien 24
10.3 Identifizierung und Bestätigung 24
10.4 Berechnung 24
10.5 Wiederfindungsrate 26

11 Präzision 27
11.1 Ringversuch 27
11.2 Wiederholpräzision und Präzision innerhalb der teilnehmenden Laboratorien 27
11.3 Vergleichpräzision und Präzision zwischen den teilnehmenden Laboratorien 27

12 Untersuchungsbericht 27

13 Wichtige Überlegungen zu diesem Verfahren 28
13.1 Alternative Extraktionstechniken 28
13.2 Unterschiedliche Mengen an Kieselsäure 28
13.3 Unterschiedlicher Reinigungsschritt 28
13.4 Unterschiedlicher Interner Standard 28
13.5 Optimale GC-MS (MS)-Einstellungen 28

Anhang A (informativ) Beschreibung des PTV-Injektionssystems (falls dieses zur Verfügung steht) 29
A.1 Probenvorbereitungsverfahren 29
A.2 Bedingungen der PTV-Injektion bei Anwendung der 50-µl-Injektion 29

Anhang B (informativ) Ringversuch 31

Literaturhinweise 53