

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- μ l-Injektion.....	29
Anhang B (informativ) Ringversuch		31
Literaturhinweise		53