

# 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 ( <sup>13</sup> 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- $\mu$ l-Injektion.....	29
Anhang B (informativ) Ringversuch .....		31
Literaturhinweise .....		53