

DIN EN 15741

ICS 65.120

Ersatz für
DIN EN 15741:2009-06**Futtermittel: Probenahme- und Untersuchungsverfahren –
Bestimmung von OCP und PCB mittels GC-MS;
Deutsche Fassung EN 15741:2020**

Animal feeding stuffs: Methods of sampling and analysis –
Determination of OCPs and PCBs by GC-MS;
German version EN 15741:2020

Aliments des animaux: Méthodes d'échantillonnage et d'analyse –
Détermination des pesticides organochlorés (POC) et des polychlorobiphényles (PCB) par
GC-MS;
Version allemande EN 15741:2020

Gesamtumfang 57 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 15741:2020) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 327 „Futtermittel — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-03-03 AA „Futtermittel“ im DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL).

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2
ISO 5725-5	siehe	DIN ISO 5725-5

Änderungen

Gegenüber DIN EN 15741:2009-06 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Einleitung neu aufgenommen;
- b) Abschnitt 3 „Begriffe“ wurde redaktionell überarbeitet und aktualisiert;
- c) Hinsichtlich nicht dioxinähnlicher PCB (ndl-PCB) wurden zwei Verfahren in das Dokument aufgenommen (Unterabschnitt 4.2 und Unterabschnitt 4.3), nach denen vorgegangen werden kann. Verfahren 1 bezieht sich auf die ursprünglichen Extraktions- und Reinigungsverfahren aus der vorherigen Ausgabe dieser Norm, jedoch kombiniert mit empfindlicheren Ermittlungsverfahren. Im Verfahren 2 wurden die Extraktions- und Reinigungsverfahren modifiziert, um die Prüfmenge zu erhöhen. Der Nachweis des Verfahrens 2 bezieht sich auf das ursprüngliche Nachweisverfahren aus der vorherigen Ausgabe dieser Norm;
- d) Abschnitt 12 „Untersuchungsbericht“ wurde überarbeitet/aktualisiert;
- e) früherer Anhang B „Beschreibung des PTV-Injektionssystems (falls dieses zur Verfügung steht)“ wurde zum Anhang A;
- f) Anhang B „Ringversuch“ überarbeitet und aktualisiert (ehemals Anhang A);
- g) Literaturhinweise überarbeitet/aktualisiert;
- h) Norm redaktionell überarbeitet und den derzeit gültigen Gestaltungsregeln angepasst.

Frühere Ausgaben

DIN EN 15741: 2009-06

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

DIN ISO 5725-5, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 5: Alternative Methoden für die Ermittlung der Präzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

— Leerseite —

Deutsche Fassung

Futtermittel: Probenahme- und Untersuchungsverfahren — Bestimmung von OCP und PCB mittels GC-MS

Animal feeding stuffs: Methods of sampling
and analysis —
Determination of OCPs and PCBs by GC-MS

Aliments des animaux: Méthodes d'échantillonnage et
d'analyse —
Détermination des pesticides organochlorés (POC) et
des polychlorobiphényles (PCB) par GC-MS

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 6. Januar 2020 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim CEN-CENELEC-Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

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

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 15741:2020) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 327 „Futtermittel — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis September 2020, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis September 2020 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN 15741:2009.

Im Vergleich zur vorherigen Ausgabe wurden die folgenden technischen Änderungen vorgenommen:

In Bezug auf nicht-dioxinähnliche PCB (ndl-PCB) enthält dieses Dokument zwei Ansätze, die verfolgt werden können. Verfahren 1 betrifft die ursprünglichen Extraktions- und Reinigungsverfahren der vorherigen Ausgabe dieser Norm, jedoch kombiniert mit empfindlicheren Nachweisansätzen. In Verfahren 2 wurden die Extraktions- und Reinigungsverfahren verändert, um die Prüfmenge zu erhöhen. Der Nachweis von Verfahren 2 betrifft das ursprüngliche Nachweisverfahren der vorherigen Ausgabe dieser Norm.

Dieses Dokument wurde im Rahmen eines Normungsauftrages erarbeitet, den die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone CEN erteilt haben.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Einleitung

WARNUNG — Die Anwendung dieses Dokuments kann den Einsatz gefährlicher Substanzen, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Diese Norm erhebt nicht den Anspruch, dass alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme angesprochen werden. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Europäischen Norm, vor Anwendung angemessene Sicherheits- und Gesundheitsvorkehrungen zu treffen und zu prüfen, welche einschränkenden Vorschriften zu berücksichtigen sind.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein gaschromatographisches massenspektrometrisches Verfahren (GC-MS) für die Bestimmung von Organochlorpestiziden (OCP) und polychlorierten Biphenylen (PCB) in Mischfuttermitteln und Einzelfuttermitteln (Öle und Fette, Fischmehl) fest.

Das Verfahren ist auf Mischfuttermittel mit einem Massenanteil von weniger als 20 % und für öl-/fetthaltige Proben anwendbar, die Rückstände von einem oder mehreren der folgenden OCP und PCB und einige von deren Isomeren und Abbauprodukten enthalten:

- Aldrin;
- Dieldrin;
- Chlordan, als die Summe von Chlordanisomeren und Oxychlordan;
- Dichlordiphenyltrichlorethan (DDT), als die Summe der Isomere von o,p'-DDT, p,p'-DDT, p,p'-TDE (p,p'-DDD) und p,p'-DDE;
- Endosulfan, als die Summe von α -/ β -Isomeren und Endosulfan-Sulfat;
- Endrin, als die Summe von Endrin und delta-Ketoendrin;
- Heptachlor, als die Summe von Heptachlor und Heptachlorepoxyd;
- Hexachlorbenzol (HCB);
- Hexachlorcyclohexan-Isomere α -HCH (α -BHC), β -HCH (β -BHC), γ -HCH (γ -BHC oder Lindan);
- Photoheptachlor;
- *cis*- und *trans*-Nonachlor;
- nicht-dioxinähnliche PCB (ndl-PCB), als Summe von PCB 28, 52, 101, 138, 153 und 180.

Das Verfahren wurde vollständig durch einen Ringversuch für die in Tabelle 1 aufgeführten Substanzen und entsprechenden Bereiche ($\mu\text{g/kg}$) validiert.

Tabelle 1 — Rückstandsverbindung und Bereich ($\mu\text{g/kg}$) des Ringversuchs

Verbindung	Bereich ($\mu\text{g/kg}$)
alle ndl-PCB	0,7 bis 39
Aldrin	10 bis 34
Dieldrin	12 bis 97
Endrin	13 bis 88
<i>cis</i> -Chlordan ^a	16 bis 24 ^a
<i>trans</i> -Chlordan	7 bis 25
p,p'-DDT ^b	19 bis 200 ^b
o,p'-DDT	8 bis 87
p,p'-TDE ^c	9 bis 103 ^c

Verbindung	Bereich (µg/kg)
p,p'-DDE	21 bis 264
α-Endosulfan	15 bis 165
β-Endosulfan	26 bis 331
Endosulfan-Sulfat ^d	29 bis 61 ^d
Heptachlor	15 bis 365
Heptachlorepoxyd	15 bis 382
HCB ^e	8 bis 170 ^e
α-HCH	21 bis 247
β-HCH	6 bis 84
γ-HCH ^f	17 bis 186 ^f
ANMERKUNG Die folgende Information ist zu berücksichtigen: a) <i>cis</i> -Chlordan wurde nicht vollständig für Hühnerfutter, Schweinefutter und Fischöl validiert. b) p,p'-DDT wurde nicht vollständig für Schweinefutter und Pflanzenöl validiert. c) p,p'-TDE wurde nicht vollständig für Schweinefutter und Fischmehl validiert. d) Endosulfan-Sulfat wurde nicht vollständig für Schweinefutter und Pflanzenöl validiert. e) HCB wurde nicht vollständig für Fischöl validiert. f) γ-HCH wurde nicht vollständig für Fischöl validiert.	

Das Verfahren wurde für Oxychlordan, Endrin-Keton, *cis* - und *trans*-Nonachlor und Photoheptachlor in allen Matrices nicht vollständig validiert.

Für die Analyt/Matrix-Kombinationen, bei denen die Validierungsdaten als unzureichend angesehen wurden, können die mit diesem Verfahren erzielten Ergebnisse nur als Screening-Ergebnisse betrachtet werden, es sei denn, das Laboratorium führt eine interne Validierung durch, um nachzuweisen, dass zufriedenstellende Ergebnisse erzielt werden können.

Das Verfahren ist nicht anwendbar auf Chlorchamphen (Toxaphen), eine komplexe Mischung von polychlorierten Camphenen. Chlorchamphen hat ein sehr ausgeprägtes chromatographisches Profil und ist leicht erkennbar durch GC-ECD. Eine positive Identifizierung der Toxaphen-Isomere kann durch eine negative chemische Ionisationsmassenspektrometrie (NCI-MS), eine Elektronenstoß-Tandem-Massenspektrometrie (EI-MS × MS) oder eine hochauflösende Elektronenstoß-Massenspektrometrie (EI-HRMS) durchgeführt werden, die nicht in den Anwendungsbereich dieses Verfahrens fällt.

In der Regel sollte für die genannten Organochlorpestizide eine Bestimmungsgrenze (LOQ) von 6 µg/kg bis 29 µg/kg erreicht werden (siehe Tabelle 1). Für die ndl-PCB sollte eine Bestimmungsgrenze von 0,5 µg/kg bis 1,0 µg/kg erreicht werden. Die genannten Bestimmungsgrenzen gelten für die einzelnen Verbindungen (d.h. nicht die Summe von zwei oder mehr Verbindungen). Die einzelnen Laboratorien sind dafür verantwortlich sicherzustellen, dass die von ihnen verwendeten Geräte diese Bestimmungsgrenzen erreichen. Auf Kundenwunsch darf die Norm nur auf die Analyse von PCB oder OCP angewendet werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

EN ISO 6498, *Futtermittel — Leitfaden für die Probenvorbereitung (ISO 6498)*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <http://www.iso.org/obp>

3.1 Nachweisgrenze
geringster gemessener Gehalt, aus dem mit einer annehmbaren statistischen Sicherheit das Vorliegen des Analyten abgeleitet werden kann

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Nachweisgrenze ist numerisch gleich dem Dreifachen der Standardabweichung des Mittelwertes der Blindwertbestimmungen ($n > 10$).

3.2 Bestimmungsgrenze
niedrigster Gehalt des Analyten, der mit einer annehmbaren statistischen Sicherheit gemessen werden kann

Anmerkung 1 zum Begriff: Wenn sowohl Richtigkeit als auch Präzision in einem Konzentrationsbereich um die Nachweisgrenze konstant sind, dann ist die Bestimmungsgrenze numerisch gleich dem Sechsfachen der Standardabweichung des Mittelwertes der Blindwertbestimmungen ($n > 10$).

3.3 Futtermittel-Zusatzstoffe
Substanzen, die der Tierernährung zugesetzt werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Weitere Informationen sind in der Verordnung (EG) Nr. 1831/2003 des Europäischen Parlaments und des Rates über Zusatzstoffe zur Verwendung in der Tierernährung angegeben.

4 Kurzbeschreibung

4.1 Allgemeines

Um auf das Vorhandensein von Organochlorpestiziden (OCP) zu prüfen, wird eine Prüfmenge von Tierfutter mit Internem Standard ($^{13}\text{C}_{12}$ -PCB-Gemisch) angereichert und mit Ethylacetat extrahiert. Der Extrakt wird eingeeengt und anschließend gereinigt durch:

- Gelpermeationschromatographie (GPC), mit einer Mischung aus Cyclohexan und Ethylacetat als Elutionsmittel;
- Chromatographie an teilweise deaktiviertem Silicagel.

Die gesammelte Fraktion, die die interessierenden Verbindungen enthält, wird eingeeengt und in einer Lösung, die einen anderen Internen Standard (PCB 209) als Referenzstandard enthält, wieder gelöst. Nach dem Einengen wird ein Aliquot des Extraktes mit einem splitlosen Injektor in ein GC-MS injiziert. Falls eine höhere Empfindlichkeit erforderlich ist oder weniger Volumeneinengung gewünscht wird, ist eine Injektion eines größeren Volumens durch einen Programmed-Temperature-Vaporizer-(PTV)-Injektor möglich. Ein Beispiel ist in Anhang B beschrieben.

Für ndl-PCB können zwei Ansätze verfolgt werden.

4.2 ndl-PCB; Verfahren 1

Eine Prüfmenge des Futtermittels wird mit Internem Standard ($^{13}\text{C}_{12}$ -PCB-Gemisch) angereichert und mit Ethylacetat extrahiert. Der Extrakt wird eingeeengt und anschließend gereinigt durch:

- Gelpermeationschromatographie, mit einer Mischung aus Cyclohexan und Ethylacetat als Elutionsmittel;
- Chromatographie an teilweise deaktiviertem Silicagel.

Die gesammelte Fraktion, die die interessierenden Verbindungen enthält, wird eingeeengt und in einer Lösung, die einen anderen Internen Standard (PCB 209) als Referenzstandard enthält, wieder gelöst. Nach dem Einengen wird ein Aliquot des Extraktes mit einem splitlosen Injektor in ein GC-MS/MS oder GC-HRMS injiziert. Alternativ ist eine Injektion mit einem PTV-Injektor möglich. Ein Beispiel ist in Anhang B beschrieben.

4.3 ndl-PCB; Verfahren 2

Eine Prüfmenge des Futtermittels wird mit Internem Standard ($^{13}\text{C}_{12}$ -PCB-Gemisch) angereichert und mit Ethylacetat extrahiert. Der Extrakt wird eingeeengt und anschließend gereinigt durch:

- konzentrierte Schwefelsäure;
- Gelpermeationschromatographie (GPC), mit einer Mischung aus Cyclohexan und Ethylacetat als Elutionsmittel;
- Chromatographie an teilweise deaktiviertem Silicagel.

Die gesammelte Fraktion, die die interessierenden Verbindungen enthält, wird eingeeengt und in einer Lösung, die einen anderen Internen Standard (PCB 209) als Referenzstandard enthält, wieder gelöst. Nach dem Einengen wird ein Aliquot des Extraktes mit einem splitlosen Injektor in ein GC-MS injiziert. Alternativ ist eine Injektion mit einem PTV-Injektor möglich. Ein Beispiel ist in Anhang B beschrieben.

5 Reagenzien und Materialien

5.1 Allgemeines

Es sind nur Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit und mit einer für die OCP- oder PCB-Rückstandsanalyse geeigneten Reinheit zu verwenden. Die Reinheit der Reagenzien ist durch die Durchführung einer Blindwertbestimmung unter den gleichen Bedingungen, die in dem Verfahren angewendet werden, zu überprüfen. Das Chromatogramm sollte bei der Retentionszeit der interessierenden Verbindungen keine störenden Verunreinigungen aufweisen.

5.2 Chemikalien

5.2.1 Ethylacetat

5.2.2 Cyclohexan

5.2.3 Ethylacetat/Cyclohexan = 1 + 1, Volumenteile

500 ml Ethylacetat (5.2.1) werden mit 500 ml Cyclohexan (5.2.2) gründlich gemischt. Die Lösung wird bei Raumtemperatur in einer dicht verschlossenen Glasflasche aufbewahrt.

5.2.4 Hexan

5.2.5 Decan

5.2.6 Hexan/Decan = 95 + 5, Volumenteile

950 ml Hexan (5.2.4) werden mit 50 ml Decan (5.2.5) gründlich gemischt. Die Lösung wird bei Raumtemperatur in einer dicht verschlossenen Glasflasche aufbewahrt.

5.2.7 Isooctan

5.2.8 Toluene

5.2.9 Silicagel, deaktiviert mit 3,5 % Wasser

Silicagel 60 (63 µm bis 200 µm = 70 Mesh bis 230 Mesh) wird bei 130 °C mindestens 5 h erhitzt, in einem Exsikkator abgekühlt und in einem dicht verschlossenen Gefäß im Exsikkator aufbewahrt. 96,5 g getrocknetes Silicagel werden in einen 300-ml-Erlenmeyerkolben mit Schliffverbindung gegeben, 3,5 ml Wasser werden tropfenweise von einer Bürette unter kontinuierlichem Schwenken hinzugefügt. Der Kolben wird sofort mit einem Schliffstopfen verschlossen und 5 min kräftig geschüttelt, bis alle Klumpen verschwunden sind. Danach wird die Lösung für 2 h mit einem mechanischen Schüttelgerät geschüttelt und dann in einem dicht verschlossenen Gefäß aufbewahrt. Deaktiviertes Silicagel ist bei sorgfältiger Lagerung ungefähr 2 Wochen haltbar.

5.2.10 Hexan/Toluene = 3 + 7, Volumenteile

30 ml n-Hexan (5.2.4) werden mit 70 ml Toluene (5.2.8) gründlich gemischt. Die Lösung wird bei Raumtemperatur in einer dicht verschlossenen Glasflasche aufbewahrt.

5.2.11 Konzentrierte H₂SO₄

5.2.12 Interner Standard (PCB 209)

5.2.12.1 PCB 209-Stammlösung 1, 100 µg/ml

(10 ± 0,01) mg PCB 209 (5.2.12) werden in eine 100-ml-Medizinflasche aus Braunglas eingewogen und es wird Isooctan (5.2.7) hinzugefügt, um eine Konzentration von 100 µg/ml zu erhalten. Die Lösung wird in einem Kühlschrank bei (4 ± 3) °C aufbewahrt. Die Lösung ist unter diesen Bedingungen mindestens fünf Jahre haltbar, wenn das Gewicht sorgfältig kontrolliert wird. Alternativ wird eine handelsübliche Standardlösung von 100 µg/ml verwendet.

5.2.12.2 PCB 209-Stammlösung 2, 10,0 µg/ml

10,0 ml PCB 209-Stammlösung 1 (5.2.12.1) werden mit Hexan (5.2.4) auf 100,0 ml verdünnt. Die Lösung wird in einem Kühlschrank bei $(4 \pm 3)^\circ\text{C}$ aufbewahrt. Die Lösung ist unter diesen Bedingungen mindestens fünf Jahre haltbar, wenn das Gewicht sorgfältig kontrolliert wird.

5.2.12.3 PCB 209-Arbeitslösung, Konzentration 1 000 ng/ml

10 ml PCB 209-Stammlösung 2 (5.2.12.2) werden mit Hexan (5.2.4) auf 100,0 ml verdünnt. Die Lösung wird in einem Kühlschrank bei $(4 \pm 3)^\circ\text{C}$ aufbewahrt. Die Lösung ist unter diesen Bedingungen mindestens fünf Jahre haltbar, wenn das Gewicht sorgfältig kontrolliert wird.

5.3 Interne Standards (^{13}C massenmarkierte PCB)

5.3.1 Interne Standards (^{13}C massenmarkierte PCB), 1 000 ng/ml

$^{13}\text{C}_{12}$ PCB 28 (2,4,4'-Trichlorbiphenyl, $^{13}\text{C}_{12}$); CAS-Nummer: 208263-76-7;

$^{13}\text{C}_{12}$ PCB 52 (2,2',5,5'-Tetrachlorbiphenyl, $^{13}\text{C}_{12}$); CAS-Nummer: 208263-80-3;

$^{13}\text{C}_{12}$ PCB 101 (2,2',4,5,5'-Pentachlorbiphenyl, $^{13}\text{C}_{12}$); CAS-Nummer: 104130-39-4;

$^{13}\text{C}_{12}$ PCB 138 (2,2',3',4,4',5-Hexachlorbiphenyl, $^{13}\text{C}_{12}$); CAS-Nummer: 208263-66-5;

$^{13}\text{C}_{12}$ PCB 153 (2,2',4,4',5,5'-Hexachlorobiphenyl, $^{13}\text{C}_{12}$); CAS-Nummer: 185376-58-3;

$^{13}\text{C}_{12}$ PCB 180 (2,2',3,4,4',5,5'-Heptachlorbiphenyl, $^{13}\text{C}_{12}$); CAS-Nummer: nicht verfügbar.

Alternativ wird ein zertifiziertes Gemisch mit einer Konzentration von 1 000 ng/ml verwendet.

5.3.2 Interne Standards (^{13}C massenmarkierte PCB), 100 ng/ml

1,0 ml Interner Standard (^{13}C massenmarkierte PCB) (5.3.1) wird mit Hexan (5.2.4) auf 10,0 ml verdünnt. Die Lösung wird in einem Kühlschrank bei $(4 \pm 3)^\circ\text{C}$ aufbewahrt. Die Lösung ist unter diesen Bedingungen mindestens fünf Jahre haltbar, wenn das Gewicht sorgfältig kontrolliert wird.

5.4 Standard-Stammlösung der PCB-Kongenere

5.4.1 Standard-Stammlösung der PCB-Kongenere, 10 µg/ml

PCB 28 (2,4,4'-Trichlorbiphenyl); CAS-Nummer: 7012-37-5;

PCB 52 (2,2',5,5'-Tetrachlorbiphenyl); CAS-Nummer: 35693-99-3;

PCB 101 (2,2',4,5,5'-Pentachlorbiphenyl); CAS-Nummer: 37680-73-2;

PCB 138 (2,2',3',4,4',5-Hexachlorbiphenyl); CAS-Nummer: 35065-28-2;

PCB 153 (2,2',4,4',5,5'-Hexachlorbiphenyl); CAS-Nummer: 35065-27-1;

PCB 180 (2,2',3,4,4',5,5'-Heptachlorbiphenyl); CAS-Nummer: 35065-29-3.

Alternativ wird ein zertifiziertes Gemisch mit einer Konzentration von 10 µg/ml verwendet.

5.4.2 Arbeits-Standardlösung der PCB-Kongenere, 2,0 µg/ml

2,0 ml Standard-Stammlösung der PCB-Kongenere (5.4.1) werden mit Hexan (5.2.4) auf 10,0 ml verdünnt. Die Lösung wird in einem Kühlschrank bei $(4 \pm 3)^\circ\text{C}$ aufbewahrt. Die Lösung ist unter diesen Bedingungen mindestens fünf Jahre haltbar, wenn das Gewicht sorgfältig kontrolliert wird.

5.4.3 Arbeits-Standardlösung der PCB-Kongenere, 0,2 µg/ml

1,0 ml Standard-Stammlösung der PCB-Kongenere (5.4.2) wird mit Hexan (5.2.4) auf 10,0 ml verdünnt. Die Lösung wird in einem Kühlschrank bei $(4 \pm 3)^\circ\text{C}$ aufbewahrt. Die Lösung ist unter diesen Bedingungen mindestens fünf Jahre haltbar, wenn das Gewicht sorgfältig kontrolliert wird.

5.5 Referenzstandards der OC-Pestizide, wie folgt

Jeder mit einem Reinheitsgrad von mindestens 99 %.

Aldrin:

(1R,4S,4aS,5S,8R,8aR)-1,2,3,4,10,10-Hexachlor-1,4,4a,5,8,8a-hexahydro-1,4:5,8-dimethanonaphthalin;
CAS-Nummer: 309-00-2.

Dieldrin:

(1R,4S,4aS,5R,6R,7S,8S,8aR)-1,2,3,4,10,10-Hexachlor-1,4,4a,5,6,7,8,8a-octahydro-6,7-epoxy-1,4:5,8-dimethanonaphthalin; CAS-Nummer: 60-57-1.

Chlordan, α -Isomer:

1,2,4,5,6,7,8,8-Octachlor-2,3,3a,4,7,7a-hexahydro-4,7-ethano-1H-inden; α -Isomer; CAS-Nummer: 5103-71-9.

Chlordan, β -Isomer:

1,2,4,5,6,7,8,8-Octachlor-2,3,3a,4,7,7a-hexahydro-4,7-ethano-1H-inden; β -Isomer; CAS-Nummer: 5103-74-2.

Oxychlordan:

4,7-Methanoindan, 1,2,4,5,6,7,8,8-Octachlor-2,3-epoxy-3a,4,7,7a-tetrahydro-, exo, endo-; CAS-Nummer: 27304-13-8.

o,p'-DDT:

1,1,1-Trichlor-2-(2-chlorphenyl)-2-(4-chlorophenyl)ethan; CAS-Nummer: 789-02-6.

p,p'-DDT:

1,1,1-Trichlor-2,2-bis(4-chlorphenyl) ethan; CAS-Nummer: 50-29-3.

p,p'-TDE:

(p,p'-DDD) 1,1-Dichlor-2,2-bis(4-chlorphenyl) ethan; CAS-Nummer: 72-54-8.

p,p'-DDE:

1,1-Dichlor-2,2-bis(4-chlorphenyl) ethylen; CAS-Nummer: 72-55-9.

Endosulfan, α -Stereoisomer:

6,9-Methano-2,4,3-benzodioxathiepin, 6,7,8,9,10,10-Hexachlor-1,5,5a,6,9,9a-hexahydro-, 3-oxid, (3 α ,5a β , 6 α ,9 α ,9a β); CAS-Nummer: 959-98-8.

Endosulfan, β -Stereoisomer:

6,9-Methano-2,4,3-benzodioxathiepin, 6,7,8,9,10,10-Hexachlor-1,5,5a,6,9,9a-hexahydro-, 3-oxid,
(3 α ,5 α ,6 β ,9 β ,9 α); CAS-Nummer: 33213-65-9.

Endosulfan-Sulfat:

6,9-Methano-2,4,3-benzodioxathiepin, 6,7,8,9,10,10-Hexachlor-1,5,5a,6,9,9a-hexahydro-, 3,3-dioxid;
CAS-Nummer: 1031-07-8.

Endrin:

(1R,4S,4aS,5S,6S,7R,8R,8aR)-1,2,3,4,10,10-Hexachlor-1,4,4a,5,6,7,8,8a-octahydro-6,7-epoxy-1,4:5,8-dd;
CAS-Nummer: 72-20-8.

Delta-Ketoendrin:

2,5,7-Metheno-3H-cyclopenta[a]pentalen-3-on,3b,4,5,6,6a-Hexachlordecahydro-, 2 α ,
3 $\alpha\beta$,3b β ,4 β ,5 β ,6 $\alpha\beta$,7 α ,7 $\alpha\beta$,8R*; CAS-Nummer 53494-70-5.

Heptachlor:

1,4,5,6,7,8,8-Heptachlor-3a,4,7,7a-tetrahydro-4,7-methanoinden; CAS-Nummer: 76-44-8.

β -Heptachlorepoxyd:

1,4,5,6,7,8,8-Heptachlor-3a,4,7,7a-tetrahydro-4,7-methanoinden(exo); CAS-Nummer: 1024-57-3.

HCB:

Hexachlorbenzol; CAS-Nummer: 118-74-1.

α -HCH (α -BHC):

α -1,2,3,4,5,6-Hexachlorcyclohexan; CAS-Nummer: 319-84-6.

β -HCH (β -BHC):

β -1,2,3,4,5,6-Hexachlorcyclohexan; CAS-Nummer: 319-85-7.

γ -HCH (γ -BHC; Lindan):

γ -1,2,3,4,5,6-Hexachlorcyclohexan; CAS-Nummer: 58-89-9.

Nonachlor, *cis*:

CAS-Nummer 5103-73-1.

Nonachlor, *trans*:

CAS-Nummer 39765-80-5.

Photoheptachlor:

CAS-Nummer 33442-83-0.

Alternativ wird ein zertifiziertes Gemisch mit einer präzisen oder zertifizierten Konzentration (etwa 10 $\mu\text{g/ml}$) verwendet.

5.5.1 Pestizid-Stammlösung 1, 100 µg/ml

(10 ± 0,01) mg von jedem einzelnen Pestizid (5.5) werden in gesonderte 100-ml-Medizinflaschen aus Braunglas eingewogen und Isooctan (5.2.7) wird hinzugefügt, um eine Konzentration von 100 µg/ml zu erhalten. Die Lösungen werden in einem Kühlschrank bei (4 ± 3) °C aufbewahrt. Die Lösungen sind unter diesen Bedingungen mindestens fünf Jahre haltbar, wenn das Gewicht sorgfältig kontrolliert wird. Alternativ wird eine handelsübliche Standardlösung mit einer präzisen oder zertifizierten Konzentration von etwa 100 µg/ml verwendet.

ANMERKUNG β-HCH wird in 10 ml Toluol (5.2.8) aufgelöst, um die vollständige Lösbarkeit zu erreichen, und es wird weiter mit Isooctan (5.2.7) verdünnt, um eine Konzentration von 100 µg/ml zu erhalten.

5.5.2 Pestizid-Stammlösung 2, 2,5 µg/ml

2,5 ml von jeder einzelnen Pestizid-Stammlösung 1 (5.5.1) werden in einen 100-ml-Messkolben pipettiert und mit Hexan (5.2.4) auf 100,0 ml verdünnt. Die Lösung wird in einem Kühlschrank bei (4 ± 3) °C aufbewahrt. Die Lösung ist unter diesen Bedingungen mindestens fünf Jahre haltbar, wenn das Gewicht sorgfältig kontrolliert wird.

5.5.3 Pestizid-Arbeitslösung, 0,5 µg/ml

2,0 ml Pestizid-Stammlösung 2 (5.5.2) werden in einen 10,0-ml-Messkolben pipettiert und mit Hexan (5.2.4) auf 10,0 ml verdünnt. Die Lösung wird in einem Kühlschrank bei (4 ± 3) °C aufbewahrt. Die Lösung ist unter diesen Bedingungen mindestens fünf Jahre haltbar, wenn das Gewicht sorgfältig kontrolliert wird.

5.6 Kalibrierlösungen

Kalibriergemische werden nach Tabelle 2 in einem Endvolumen von 1,0 ml eines Alkanlösemittels (5.2.6 oder 5.2.7) vorbereitet und bei (4 ± 3) °C aufbewahrt.

Tabelle 2 — Kalibriergemische

Niveau	PCB 0,2 µg/ml (5.4.3)		OC 0,5 µg/ml (5.5.3)		OC 5,0 µg/ml (5.5.2)		¹³ C ₁₂ -PCB-Gemisch 100 ng/ml (5.3.2)		PCB 209 1 000 ng/ml (5.2.12.3)		Löse- mittel
	µl	ng/ml	µl	ng/ml	µl	ng/ml	µl	ng/ml	µl	ng/ml	
1	0	0	0	0	0	nicht anwendbar	100	10	50	50	850
2	5	1	20	10	0	nicht anwendbar	100	10	50	50	825
3	10	2	50	25	0	nicht anwendbar	100	10	50	50	790
4	25	5	250	125	0	nicht anwendbar	100	10	50	50	575
5	100	20	0	nicht anwendbar	100	500	100	10	50	50	650
6	250	50	0	nicht anwendbar	250	1 250	100	10	50	50	350

5.7 Glasfläschchen, 100 ml, mit PTFE-beschichteten Schraubverschlüssen

5.8 Glaswolle

Für mindestens 24 h auf 160 °C bis 200 °C erhitzen.