

DIN EN 15742

ICS 65.120

Ersatz für
DIN EN 15742:2009-06**Futtermittel: Probenahme- und Untersuchungsverfahren –
Bestimmung von OCP mittels GC-ECD;
Deutsche Fassung EN 15742:2020**

Animal feeding stuffs: Methods of sampling and analysis –
Determination of OCPs by GC-ECD;
German version EN 15742:2020

Aliments des animaux: Méthodes d'échantillonnage et d'analyse –
Dosage des pesticides organochlorés (POC) par CPG/ECD;
Version allemande EN 15742:2020

Gesamtumfang 28 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 15742:2020) 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

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 15742:2009-06 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) die Analyse von polychlorierten Biphenylen (PCB) wurde aus der Norm genommen, da die derzeitigen Höchstwerte durch den Gesetzgeber eine Empfindlichkeit fordern, die mittels GC-ECD nicht geliefert werden kann;
- b) Einleitung neu aufgenommen;
- c) Abschnitt 12 „Untersuchungsbericht“ wurde überarbeitet/aktualisiert;
- d) Literaturhinweise überarbeitet/aktualisiert;
- e) Norm redaktionell überarbeitet und den derzeit gültigen Gestaltungsregeln angepasst.

Frühere Ausgaben

DIN EN 15742: 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 mittels GC-ECD

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

Aliments des animaux:
Méthodes d'échantillonnage et d'analyse —
Dosage des pesticides organochlorés (POC) par CPG/ECD

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	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	6
5 Reagenzien und Materialien	6
6 Geräte	13
7 Probenahme	14
8 Vorbereitung der Untersuchungsprobe	14
9 Durchführung	14
9.1 Allgemeines	14
9.2 Extraktion	15
9.2.1 Futtermittel	15
9.2.2 Ölproben	15
9.3 Reinigungsverfahren	16
9.3.1 Gelpermeationschromatographie-Reinigung	16
9.3.2 Säulenchromatographie mit teilweise deaktivierter Kieselsäure	16
9.4 Gaschromatographie	16
10 Berechnung und Angabe der Ergebnisse	17
10.1 Kalibrierkriterien	17
10.2 Identifizierung und Bestätigung	17
10.3 Berechnung	17
10.4 Wiederfindungsrate	18
10.5 Identifizierung und Bestätigung	19
11 Präzision	19
11.1 Ringversuch	19
11.2 Wiederholpräzision und Präzision innerhalb der teilnehmenden Labore	20
11.3 Vergleichpräzision und Präzision zwischen den teilnehmenden Laboratorien	20
12 Prüfbericht	21
13 Wichtige Überlegungen zu diesem Verfahren	22
13.1 Alternative Extraktionstechniken	22
13.2 Menge an Kieselsäure	22
13.3 Interne Standards	22
Anhang A (informativ) Ergebnisse der Ringversuche	23
Literaturhinweise	24

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 15742:2020) 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 15742:2009.

Im Vergleich zur Vorgängerversion wurden folgende technische Änderungen vorgenommen:

Die Analyse von polychlorierten Biphenylen (PCB) wurde aus dieser Norm gestrichen, da die derzeitige Gesetzgebung zu Höchstgrenzen eine Empfindlichkeit erfordert, die GC-ECD (Gaschromatographie mit Elektroneneinfangdetektor) nicht bieten kann. Zusätzlich wurden redaktionelle Änderungen vorgenommen.

Dieses Dokument wurde unter einem Normungsauftrag erarbeitet, den die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone dem 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

Dieses Dokument wurde als Reaktion auf die Richtlinie 2002/32/EG des Europäischen Parlaments und des Rates vom 7. Mai 2002 über unerwünschte Stoffe in Futtermitteln entwickelt.

Die vorherige Ausgabe dieses Dokuments (EN 15742:2009) wurde durch einen Ringversuch für Aldrin, Dieldrin, Endrin, p,p'-DDT, o,p'-DDT, p,p'-TDE, p,p-DDE, Alpha-Endosulfan, Beta-Endosulfan, HCB, Alpha-HCH, Beta-HCH und Gamma-HCH vollständig validiert. Versuche im Rahmen des dritten Mandates der Europäischen Kommission an das CEN/TC 327, eine zusätzliche Validierung des Verfahrens durch einen vollständigen Ringversuch (2017) für Photoheptachlor, *cis/trans*-Nonachlor und Keto-Endrin durchzuführen, waren nicht erfolgreich, da nur drei Labore anboten, Ergebnisse [1] einzusenden.

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 Verfahren mit Elektroneneinfangdetektor (ECD, en: electron capture detection) für die Bestimmung von Organochlorpestiziden (OCP) in Mischfuttermitteln und Ölen und Fetten fest.

Das Verfahren ist auf Mischfuttermittel, Öle und Fette und Fischmehl mit einem Wassergehalt bis zu etwa 20 % (Massenanteil) und für öl-/fetthaltige Proben anwendbar, die Rückstände von einem oder mehreren der folgenden OCP, Toxaphen und einige von deren Isomeren und Abbauprodukten enthalten:

- Aldrin;
- Dieldrin;
- Dichlordiphenyltrichlorethan (DDT) (die Isomere 'op'-DDT', 'pp'-DDT', 'pp'-TDE' ('pp'-DDD') und 'pp'-DDE');
- Endosulfan (als Summe von α -/ β -Isomeren);
- Endrin;
- Hexachlorbenzol (HCB);
- Hexachlorcyclohexan-Isomere α -HCH (α -BHC), β -HCH (β -BHC), γ -HCH (γ -BHC oder Lindan);

Für die folgenden OCP wird das Verfahren als Screening-Verfahren angesehen. Um validierte Daten angeben zu können, ist eine zusätzliche laborinterne Validierung erforderlich.

- Chlordan (als Summe von Chlordanisomeren und Oxychlordan);
- Endosulfan-Sulfat;
- Delta-Ketoendrin;
- Heptachlor (als Summe von Heptachlor und Heptachlorepoxyd);
- Photoheptachlor;
- *cis*- und *trans*-Nonachlor.

Für die genannten OCP soll eine Bestimmungsgrenze (LOQ) von 5 $\mu\text{g/kg}$ erreicht werden. Jedoch gilt bei Heptachlor, Aldrin, Endrin, Dieldrin und Endosulfan (α -, β - und Sulfat) eine Bestimmungsgrenze von 10 $\mu\text{g/kg}$. Die einzelnen Labore sind dafür verantwortlich, dass die von ihnen verwendeten Geräte diese Bestimmungsgrenzen erreichen. Die Bestimmungsgrenzen gelten für die einzelnen OCP.

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)