

Futtermittel
Bestimmung des Carbadoxgehaltes
Hochleistungsflüssigchromatographisches Verfahren
(ISO 14939:2001)
Deutsche Fassung EN ISO 14939:2001

DIN
EN ISO 14939

ICS 65.120

Animal feeding stuffs — Determination of carbadox content —
Method using high-performance liquid chromatography
(ISO 14939:2001);
German version EN ISO 14939:2001

Aliments des animaux — Détermination de la teneur en carbadox —
Méthode par chromatographie en phase liquide à haute performance
(ISO 14939:2001);
Version allemande EN ISO 14939:2001

Die Europäische Norm EN ISO 14939:2001 hat den Status einer Deutschen Norm.

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm fällt in den Zuständigkeitsbereich des Technischen Komitees CEN/TC 327 „Futtermittel — Verfahren zur Probenahme und Untersuchung“ (Sekretariat: Niederlande). Die ihr zugrunde liegende Internationale Norm ISO 14939 ist im ISO/TC 34/SC 10 „Futtermittel“ (Sekretariat: Niederlande) erarbeitet worden.

Aufgrund der Ergebnisse des parallelen Abstimmungsverfahrens wurde ISO 14939 als Europäische Norm EN ISO 14939 übernommen.

Eine Mitarbeit des DIN im CEN/TC 327 „Futtermittel — Verfahren zur Probenahme und Untersuchung“ erfolgt nicht. Thematisch zuständig ist der Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL).

Für die im Inhalt zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 5725-1 siehe DIN ISO 5725-1

ISO 5725-2 siehe E DIN ISO 5725-2

Fortsetzung Seite 2
und 18 Seiten EN

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)
im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe (ISO 5725-1:1994).*

E 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 (ISO 5725-2:1994).*

Deutsche Fassung

Futtermittel

Bestimmung des Carbadoxgehaltes
Hochleistungsflüssigchromatographisches Verfahren
(ISO 14939:2001)

Animal feeding stuffs —
Determination of carbadox content —
Method using high-performance liquid chromatography
(ISO 14939:2001)

Aliments des animaux —
Détermination de la teneur en carbadox —
Méthode par chromatographie liquide à haute performance
(ISO 14939:2001)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 15. August 2001 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 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, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, der Tschechischen Republik und dem Vereinigten Königreich.



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

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung	4
4 Reagenzien	4
5 Geräte	7
6 Probenahme	8
7 Vorbereitung der Untersuchungsprobe	8
8 Durchführung	8
8.1 Allgemeines	8
8.2 Herstellung einer aufgestockten Probe	8
8.3 Extraktion.....	9
8.4 Säulenchromatographie.....	10
8.5 HPLC-Untersuchung.....	10
9 Bestätigung	11
9.1 Allgemeines	11
9.2 Zweitchromatographie.....	11
9.3 Dioden-Array-Detektor.....	12
9.4 Nachsäulenderivatisierung	13
10 Berechnung der Ergebnisse	13
10.1 Allgemeines	13
10.2 Futtermittel mit 0,1 mg/kg bis 10 mg/kg Carbadox.....	13
10.3 Futtermittel mit 10 mg/kg bis 100 mg/kg Carbadox.....	14
10.4 Futtermischungen mit bis 10 % Carbadox	14
11 Präzision	14
11.1 Ringversuch.....	14
11.2 Wiederholpräzision	14
11.3 Vergleichpräzision	15
12 Untersuchungsbericht	15
Anhang A (informativ) Fließdiagramm	16
Anhang B (informativ) Ergebnisse des Ringversuchs	17
Literaturhinweise	18

Vorwort

Der Text der Internationalen Norm ISO 14939:2001 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 327 „Futtermittel – Verfahren zur Probenahme und Untersuchung“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Februar 2002, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Februar 2002 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, die Tschechische Republik und das Vereinigte Königreich.

Anerkennungsnotiz

Der Text der Internationalen Norm ISO 14939:2001 wurde von CEN als Europäische Norm ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein hochleistungsflüssigchromatographisches (HPLC) Verfahren zur Bestimmung des Carbadoxgehaltes in Futtermischungen und Futtermitteln fest.

Das Verfahren gilt für Futtermittel mit einem Massenanteil an Carbadox von 0,5 mg/kg (Quantifizierungsgrenze) bis 100 mg/kg und für Futtermischung mit einem Massenanteil an Carbadox bis 10 %.

Die untere Nachweisgrenze beträgt 0,1 mg/kg.

ANMERKUNG 1 Bei Futtermitteln wird der Massenanteil in Milligramm je Kilogramm angegeben, bei Futtermischungen in Prozent.

ANMERKUNG 2 Carbadox ist ein zur Gruppe der Chinoxaline gehörendes Chemotherapeutikum. Carbadox wird als wachstumsfördernder Futterzusatz für Ferkel verwendet.

2 Normative Verweisungen

Diese Europäische Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen nur zu dieser Europäischen Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

ISO 6498:1998, *Animal feeding stuffs — Preparation of test samples*.

3 Kurzbeschreibung

Carbadox wird aus der Probe mit einem Gemisch von Acetonitril und Methanol extrahiert. Futtermittel werden vorher mit Wasser angefeuchtet. Der Extrakt aus Futtermitteln wird mit einer kurzen Aluminiumoxidsäule gereinigt. Der Extrakt aus Futtermischungen wird direkt mit einem Gemisch von Wasser, Acetonitril und Methanol verdünnt. Der endgültige Extrakt wird durch Hochleistungsflüssigchromatographie (HPLC) an einer Umkehrphasen-Säule mit UV-Detektion bei einer Wellenlänge von 365 nm untersucht. ([1] bis [3]).

Die Anwesenheit von Dimetridazol, Nitrofurazon oder Sulfadimidin-Natrium kann bei der Bestimmung von Carbadox störend wirken.

Alternativ kann Carbadox nach Nachsäulenderivatisierung mit Natriumhydroxid durch Detektion bei einer Wellenlänge von 420 nm bestimmt werden.

4 Reagenzien

Es dürfen nur Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit verwendet werden.

4.1 Wasser, demineralisiert oder deionisiert, mit einer Mindestleitfähigkeit von 10 mΩ · cm oder Wasser mindestens gleichwertiger Reinheit.

4.2 Extraktions-Lösemittel: Gemisch von Acetonitril und Methanol (im Volumenverhältnis 1 : 1).

Gleiche Volumina von Acetonitril und Methanol werden vereinigt. Der Ansatz wird gut durchmischt und kurz vor Verwendung an die Raumtemperatur angeglichen.

4.3 Verdünnungs-Lösemittel: Gemisch von Extraktions-Lösemittel (4.2) und Wasser (4.1) (im Volumenverhältnis von 70 : 30).

70 ml Extraktions-Lösemittel (4.2) werden mit 30 ml Wasser (4.1) gemischt.