

E DIN EN 17049:2016-11 (D/E)

Erscheinungsdatum: 2016-10-14

Bestimmung von Tylosin, Spiramycin, Virginiamycin, Carbadox und Olaquinox in Konzentrationen unterhalb von Zusatzstoffen in Mischfuttermitteln - Bestätigungsanalyse mittels LC-MS; Deutsche und Englische Fassung prEN 17049:2016

Identification of tylosin, spiramycin, virginiamycin, carbadox and olaquinox at sub-additive levels in compound feed - Confirmatory analysis by LCMS; German and English version prEN 17049:2016

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort.....	4
1 Anwendungsbereich.....	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Kurzbeschreibung.....	5
4 Reagenzien und Materialien	5
4.1 Allgemeines	5
4.2 Reagenzien und Materialien	6
4.3 Lösungen	6
4.3.1 HPLC Mobile Phase A: Ameisensäure 5 mM.....	6
4.3.2 HPLC Mobile Phase B: Ameisensäure 50 mM/Acetonitril (10/90, Volumenanteil in Prozent).....	6
4.4 Standardlösungen	6
4.4.1 Tylosin-Stammlösung (500 µg/ml)	6
4.4.2 Spiramycin-Stammlösung (500 µg/ml).....	6
4.4.3 Virginiamycin-Stammlösung (500 µg/ml)	6
4.4.4 Carbadox-Stammlösung (500 µg/ml)	7
4.4.5 Olaquinox-Stammlösung (500 µg/ml)	7
4.4.6 Gemischte Stammlösung 1	7
4.4.7 Gemischte Stammlösung 2	7
4.4.8 Kalibrierstandard	7
5 Geräte.....	7
6 Probenahme.....	8
7 Probenvorbereitung.....	8
7.1 Probenvorbehandlung.....	8
7.2 Proben zur Qualitätslenkung	8
7.3 Probenextraktion.....	9
7.4 Probenreinigung.....	9
7.5 Probenvorbereitung für LC-MS/MS	9
7.6 Bestätigungskontrolle	9
8 LC-MS/MS-Analyse	9
8.1 Allgemeines	9
8.2 LC-MS/MS-Versuchsbedingungen	9
8.3 Erstprüfung	10
8.4 Probenanalyse.....	10
9 Datenverarbeitung und Auswertung der Ergebnisse	10
9.1 Datenverarbeitung.....	10

9.2	Aufzeichnung und Berechnung der Identifikationsparameter	10
10	Annahmekriterien für die Analysenergebnisse	11
10.1	Annahme der Analysenserie.....	11
10.2	Identifizierung des Analyts	11
10.2.1	Retentionszeit-Kriterium	11
10.2.2	Ionen-Verhältnis-Kriterium	11
11	Untersuchungsbericht.....	11
Anhang A (informativ) Ergebnisse des Ringversuchs.....		12
A.1	Durchführung	12
A.2	Materialien	12
A.3	Statistische Analyse der Ergebnisse.....	14
A.4	Ergebnisse und Interpretation	15
A.4.1	Präzision	15
Anhang B (informativ) Annahmeformular für Analysenserie und Probe		23
Anhang C (informativ) Quantitative Analyse		24
C.1	Allgemeines.....	24
C.2	Verfahren der quantitativen Analyse	24
C.2.1	Probenvorbehandlung der quantitativen Analyse.....	24
C.2.2	Proben zur Qualitätslenkung	24
C.2.3	Probenextraktion.....	25
C.2.4	Probenreinigung	25
C.2.5	Probenvorbereitung für LC-MS/MS.....	25
C.2.6	Wiederfindungskontrolle	25
C.2.7	Bestätigungskontrolle	25
C.2.8	LC-MS/MS-Analyse.....	26
C.3	Datenverarbeitung und Auswertung der Ergebnisse	28
C.3.1	Datenverarbeitung	28
C.3.2	Aufzeichnung und Berechnung der Identifikationsparameter	28
C.3.3	Berechnung der Analytenmenge in der Probe	28
C.3.4	Berechnung des Wiederfindungsprozentanteils	28
C.4	Annahmekriterien für das Analysenergebnis.....	29
C.4.1	Annahme der Analysenserie.....	29
C.4.2	Identifizierung des Analyts	29
C.5	Anmerkungen zum Verfahren.....	30
C.5.1	Einfluss der Ionisationsunterdrückung	30
C.5.2	Bemerkungen zur quantitativen Genauigkeit	30
C.5.3	Bemerkungen zur Relevanz des Wiederfindungsprozentanteils.....	30
Anhang D (informativ) Annahmeformular für Analysenserie und Probe.....		31
Literaturhinweise		32