

E DIN EN 17853:2022-06 (D/E)

Erscheinungsdatum: 2022-05-13

**Futtermittel - Probenahme- und Untersuchungsverfahren - Bestimmung von intakten Glucosinolaten in Rapssaat mittels LC-MS/MS; Deutsche und Englische Fassung
prEN 17853:2022**

**Animal feeding stuffs: Methods of sampling and analysis - Determination of intact glucosinolates in rapeseed by LC-MS/MS; German and English version prEN
17853:2022**

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort.....	8
Einleitung	9
1 Anwendungsbereich.....	10
2 Normative Verweisungen	11
3 Begriffe	11
4 Kurzbeschreibung.....	11
5 Reagenzien	11
5.1 Analysestandards.....	11
5.2 Chemikalien	12
5.3 Standardlösungen	13
5.4 Reagenzien	16
5.5 Qualitätskontrollmaterial	16
5.6 Referenzmaterialien	16
6 Geräte.....	17
7 Durchführung	18
7.1 Probenvorbehandlung.....	18
7.2 Einwaage	18
7.2.1 Ölsaaten und Ölsaatenerzeugnisse.....	18
7.2.2 Mischfuttermittel	18
7.3 Extraktion	18
7.3.1 Ölsaaten und Ölsaatenerzeugnisse.....	18
7.3.2 Mischfuttermittel	19
7.3.3 Wiederfindungsprobe für Mischfuttermittel	19
7.3.4 Herstellung der Kalibrierstandards in einem Blindprobenextrakt	19
8 LC-MS/MS-Analyse	20
8.1 Allgemeines.....	20
8.2 Analysensequenz.....	21
8.2.1 Ölsaaten und Ölsaatenerzeugnisse.....	21
8.2.2 Mischfuttermittel	22
9 Auswertung der Ergebnisse	22
9.1 Identifizierung.....	22
9.2 Quantifizierung.....	22
9.2.1 Allgemeines.....	22
9.2.2 Linearität der Kalibrierkurve	23
9.2.3 Berechnung der Glucosinolatkonzentration in der Ölsaat oder dem Ölsaatenerzeugnis.....	23
9.2.4 Berechnung der Glucosinolatkonzentration im Mischfuttermittel	23
9.3 Angabe der Ergebnisse	24

10	Genauigkeit	25
10.1	Allgemeines.....	25
10.2	Wiederholpräzision.....	25
10.3	Vergleichpräzision.....	25
11	Untersuchungsbericht.....	25
Anhang A (informativ) Präzisionsdaten.....		27
Anhang B (informativ) Beispiel für LC-MS/MS-Bedingungen.....		59
B.1	Allgemeines.....	59
B.2	Chromatographische Bedingungen.....	59
B.3	MS-Bedingungen.....	60
Anhang C (informativ) Beispiele für Chromatogramme		63
Anhang D (informativ) Glucosinolat-Standards aus kommerziellen Quellen.....		65
Literaturhinweise		67

Bilder

Bild A.1	— Grafische Darstellung der relativen Vergleichstandardabweichung (RSD_R) in Abhängigkeit von der Konzentration (mmol/kg)	58
Bild C.1	— Extrahierte Ionenchromatogramme (Modus Multiple Reaction Monitoring) einer Glucosinolat-Standardmischung von 1 nmol/ml	63
Bild C.2	— Extrahierte Ionenchromatogramme (Modus Multiple Reaction Monitoring) der im Referenzmaterial ERM-BC366 vorhandenen Glucosinolate.....	64

Tabellen

Tabelle 1	— Zusammenfassung der im Ringversuch geprüften Glucosinolat-Konzentrationsbereiche.....	10
Tabelle 2	— Vorbereitung der Standard-Stammlösungen	13
Tabelle 3	— Herstellung der Kalibrierstandards in wässriger Lösung.....	15
Tabelle 4	— Herstellung der Kalibrierstandards in einem Blindprobenextrakt.....	20
Tabelle A.1	— Präzisionsdaten zum Gesamtgehalt an Glucosinolaten	28
Tabelle A.2	— Präzisionsdaten zu Epiprogoitrin	29
Tabelle A.3	— Präzisionsdaten zu Glucoallysin	30
Tabelle A.4	— Präzisionsdaten zu Glucoarabin	32
Tabelle A.5	— Präzisionsdaten zu Glucobrassicinapin.....	33
Tabelle A.6	— Präzisionsdaten zu Glucobrassicin	34
Tabelle A.7	— Präzisionsdaten zu Glucocamelinin.....	36
Tabelle A.8	— Präzisionsdaten zu Glucoerucin	37

Tabelle A.9 — Präzisionsdaten zu Glucoiberin	38
Tabelle A.10 — Präzisionsdaten zu Gluconapin	40
Tabelle A.11 — Präzisionsdaten zu Gluconapoleiferin.....	41
Tabelle A.12 — Präzisionsdaten zu Gluconasturtiin	42
Tabelle A.13 — Präzisionsdaten zu Glucoraphanin.....	44
Tabelle A.14 — Präzisionsdaten zu Glucoraphenin.....	45
Tabelle A.15 — Präzisionsdaten zu Glucotropaeolin	46
Tabelle A.16 — Präzisionsdaten zu Homoglucocamelinin	48
Tabelle A.17 — Präzisionsdaten zu 4-Hydroxyglucobrassicin.....	49
Tabelle A.18 — Präzisionsdaten zu 4-Methoxyglucobrassicin	50
Tabelle A.19 — Präzisionsdaten zu Neoglucobrassicin.....	52
Tabelle A.20 — Präzisionsdaten zu Progoitrin	53
Tabelle A.21 — Präzisionsdaten zu Sinalbin.....	54
Tabelle A.22 — Präzisionsdaten zu Sinigrin	56
Tabelle B.1 — HPLC-Gradientenprogramm.....	59
Tabelle B.2 — MS-Geräteeinstellungen	60
Tabelle B.3 — Für die MS des Zielanalyten geeignete Ionenübergänge.....	61
Tabelle D.1.....	65