DIN EN 17049:2018-05 (D)

Futtermittel: Probenahme- und Untersuchungsverfahren - Identifizierung von Tylosin, Spiramycin, Virginiamycin, Carbadox und Olaquindox in Konzentrationen unterhalb von Zusatzstoffen in Mischfuttermitteln - Bestätigungsanalyse mittels LC-MS; Deutsche Fassung EN 17049:2018

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 Olaquindox-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 11

10 Annahmekriterien für die Analysenergebnisse 11
10.1 Allgemeines 11
10.2 Annahme der Analysenserie 11

10.3 Identifizierung des Analyten 11
10.3.1 Allgemeines 11
10.3.2 Retentionszeit-Kriterium 11
10.3.3 Ionen-Verhältnis-Kriterium 11

11 Untersuchungsbericht 12

Anhang A (informativ) Ergebnisse des Ringversuchs 13
A.1 Durchführung 13
A.2 Materialien 13
A.3 Statistische Analyse der Ergebnisse 15
A.4 Ergebnisse und Interpretation — Präzision 16

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 Allgemeines 29
C.4.2 Annahme der Analysenserie 29
C.4.3 Identifizierung des Analyten 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 Wiederfindungprozentanteils 30

Anhang D (informativ) Annahmeformular für Analysenserie und Probe 31

Literaturhinweise 32