

DIN EN 17280:2020-03 (D)

Lebensmittel - Bestimmung von Zearalenon und Trichothecenen einschließlich Deoxynivalenol und den acetylierten Derivaten (3-Acetyl-Deoxynivalenol und 15-Acetyl-Deoxynivalenol), Nivalenol sowie T-2- und HT-2-Toxin in Getreide und Getreideerzeugnissen mit LC-MS/MS; Deutsche Fassung EN 17280:2019

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort.....	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich.....	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung.....	7
5 Reagenzien	7
6 Geräte und Ausrüstung.....	9
7 Durchführung	10
7.1 Vorbereitung der Untersuchungsprobe.....	10
7.2 Extraktion	10
7.3 Reinigung durch Festphasenextraktion.....	10
7.4 Vorbereitung der Probenmesslösung.....	11
7.5 Aufstocken.....	11
7.6 Bestimmung mit LC-MS/MS.....	11
7.6.1 Allgemeines.....	11
7.6.2 Injektionsreihenfolge	11
7.7 Identifizierung.....	12
7.8 Kalibrierung.....	12
8 Berechnung.....	12
9 Präzision	13
9.1 Allgemeines.....	13
9.2 Wiederholpräzision.....	13
9.3 Vergleichpräzision.....	13
10 Prüfbericht	17
Anhang A (informativ) Typische Chromatogramme	18
Anhang B (informativ) Beispielbedingungen für geeignete LC-MS/MS-Systeme.....	20
Anhang C (informativ) Zusätzliche Beispiele für die Trennung von 3-AcDON und 15-AcDON.....	24
Anhang D (informativ) Präzisionsdaten.....	27
Literaturhinweise	38

Bilder

Bild A.1 — Einzelionenchromatogramm einer mit 120 µg/kg NIV, 600 µg/kg DON, 75 µg/kg 3- und 15-AcDON, 25 µg/kg HT-2 und T-2, 50 µg/kg ZEN, und den jeweiligen ISTD aufgestockten Weizenprobe.....	18
---	----

Bild A.2 — Extrahiertes Ionenchromatogramm (Quantifier-Ionen) einer Mykotoxin-Standardlösung mit 1,87 µg/ml NIV, 9,37 µg/ml DON, 1,12 µg/ml 3- und 15-AcDON, 0,37 µg/ml HT-2 und T-2, 0,75 µg/ml ZEN, und den jeweiligen ISTD.....	19
---	-----------

Tabellen

Tabelle 1 — Beispiel geeigneter Kalibrierlösungen.....	9
Tabelle 2 — Validierungsdaten für Nivalenol	13
Tabelle 3 — Validierungsdaten für Deoxynivalenol.....	14
Tabelle 4 — Validierungsdaten für 3-Acetyl-Deoxynivalenol.....	14
Tabelle 5 — Validierungsdaten für 15-Acetyl-Deoxynivalenol	15
Tabelle 6 — Validierungsdaten für HT-2-Toxin.....	15
Tabelle 7 — Validierungsdaten für T-2-Toxin.....	16
Tabelle 8 — Validierungsdaten für Zearalenon.....	16
Tabelle B.1 — Gradient	20
Tabelle B.2 — Analytspezifische massenspektrometrische Bedingungen	21
Tabelle B.3 — Gradient	22
Tabelle B.4 — Analytspezifische massenspektrometrische Bedingungen	23
Tabelle C.1 — Gradient	24
Tabelle C.2 — Gradient	25
Tabelle C.3 — Gradient	26
Tabelle D.1 — Präzisionsdaten für Nivalenol in Weizen.....	27
Tabelle D.2 — Präzisionsdaten für Nivalenol in Weizenmehl.....	28
Tabelle D.3 — Präzisionsdaten für Nivalenol in Weizencrackern.....	28
Tabelle D.4 — Präzisionsdaten für Deoxynivalenol in Weizen.....	29
Tabelle D.5 — Präzisionsdaten für Deoxynivalenol in Weizenmehl.....	29
Tabelle D.6 — Präzisionsdaten für Deoxynivalenol in Weizencracker.....	30
Tabelle D.7 — Präzisionsdaten für 3-Acetyl-Deoxynivalenol in Weizen	30
Tabelle D.8 — Präzisionsdaten für 3-Acetyl-Deoxynivalenol in Weizenmehl	31
Tabelle D.9 — Präzisionsdaten für 3-Acetyl-Deoxynivalenol in Weizencrackern	31
Tabelle D.10 — Präzisionsdaten für 15-Acetyl-Deoxynivalenol in Weizen	32
Tabelle D.11 — Präzisionsdaten für 15-Acetyl-Deoxynivalenol in Weizenmehl	32
Tabelle D.12 — Präzisionsdaten für 15-Acetyl-Deoxynivalenol in Weizencrackern	33
Tabelle D.13 — Präzisionsdaten für HT-2-Toxin in Weizen	33
Tabelle D.14 — Präzisionsdaten für HT-2-Toxin in Weizenmehl	34
Tabelle D.15 — Präzisionsdaten für HT-2-Toxin in Weizencrackern	34
Tabelle D.16 — Präzisionsdaten für T-2-Toxin in Weizen	35
Tabelle D.17 — Präzisionsdaten für T-2-Toxin in Weizenmehl	35
Tabelle D.18 — Präzisionsdaten für T-2-Toxin in Weizencracker	36
Tabelle D.19 — Präzisionsdaten für Zearalenon in Weizen	36
Tabelle D.20 — Präzisionsdaten für Zearalenon in Weizenmehl	37
Tabelle D.21 — Präzisionsdaten für Zearalenon in Weizencrackern	37