

DIN EN 17683:2023-04 (D)

Futtermittel - Probenahme- und Untersuchungsverfahren - Bestimmung von Pyrrolizidinalkaloiden in Futtermitteln mittels LC-MS/MS; Deutsche Fassung EN 17683:2023

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort.....	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich.....	6
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Kurzbeschreibung.....	8
4.1 Allgemeines.....	8
4.2 Reagenzien	8
4.3 Analysestandards.....	8
4.4 Chemikalien	9
4.5 Lösungen	9
4.5.1 Eine 0,05-mol/l-Extraktionslösung von wässriger Schwefelsäure	9
4.5.2 Wässrige ammoniakalische Lösung (20/80) (Volumenanteil in %) zur Neutralisierung der Extrakte vor der SPE.....	9
4.5.3 Beispiele für mobile HPLC-Phasen	10
4.5.4 PA-Stammlösungen.....	10
4.5.5 Standard-Arbeitslösung (PA-Mischung), 1 µg/ml.....	10
5 Geräte.....	10
6 Durchführung	12
6.1 Allgemeines.....	12
6.2 Probenvorbereitung.....	12
6.3 Extraktion	13
6.4 SPE-Verfahren	13
6.5 Rekonstitution der Probe	14
6.6 Proben zur Qualitätskontrolle	14
6.7 Kalibrierung mithilfe von matrixangepassten Standards (MMS).....	14
7 HPLC-MS/MS-Analyse	15
7.1 Flüssigchromatographische Trennung	15
7.2 Massenspektrometrische Betriebsbedingungen	15
7.3 Analysensequenz.....	16
8 Ergebnisse.....	16
8.1 Peakidentifizierung.....	16
8.2 Kalibrierfunktion	16
8.3 Quantifizierung.....	17
8.4 Angabe der Ergebnisse	17
8.5 Qualitätskontrolle - Leistungskriterien	17
9 Präzision	18
9.1 Allgemeines.....	18
9.2 Wiederholpräzision.....	18
9.3 Vergleichpräzision.....	18
10 Prüfbericht	19

Anhang A (informativ) Präzisionsdaten	20
A.1 Allgemeines	20
Anhang B (informativ) Beispiel für LC-MS/MS-Bedingungen	53
B.1 Allgemeines	53
B.2 Chromatographische Bedingungen	53
B.3 Massenspektrometrische Bedingungen	54
Anhang C (informativ) Beispiel LC-MS/MS-Chromatogramm eines Pyrrolizidinalkaloid- Gemisches	57
Anhang D (informativ) Verfahrensprotokoll zur Bestimmung von Pyrrolizidinalkaloiden in Futtermitteln mittels LC-MS/MS nach Reduktion von N-Oxiden mit metallischem Zink	58
D.1 Allgemeines	58
D.2 Einleitung	58
D.3 Kurzbeschreibung	58
D.3.1 Allgemeines	58
D.3.2 Reagenzien	59
D.3.3 Analysestandards	59
D.3.4 Chemikalien	59
D.3.5 Lösungen	59
D.3.6 Geräte	59
D.3.7 Durchführung	60
D.3.8 HPLC-MS/MS-Analyse	61
D.3.9 Ergebnisse	61
D.4 Ergebnisse	62
D.5 Leistungsdaten des Verfahrens	63
D.5.1 Leistungsdaten des Verfahrens, die während der Validierung in einem einzelnen Labor gewonnen wurden	63
D.5.2 Während des Ringversuchs erhaltene Leistungsdaten des Verfahrens	63
D.6 Bericht	67
Anhang E (informativ) Liste der potentiell ko-eluierenden Pyrrolizidinalkaloid(PA)-Isomere	68
Literaturhinweise	69