DIN EN 17853:2023-06 (D)

Futtermittel - Probenahme- und Untersuchungsverfahren - Bestimmung von intakten Glucosinolaten in Futtermittel-Ausgangserzeugnissen und Mischfuttermitteln mittels LC-MS/MS; Deutsche Fassung EN 17853:2023

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

6 Geräte ... 16

7 Durchführung ... 17
7.1 Probenvorbehandlung ... 17
7.2 Prüfmenge ... 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 ... 18
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 Präzision ... 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 **51**
B.1 Allgemeines **51**
B.2 Chromatographische Bedingungen **51**
B.3 MS-Bedingungen **52**

Anhang C (informativ) Beispiele für Chromatogramme **55**

Anhang D (informativ) Glucosinolat-Standards aus kommerziellen Quellen **57**

Literaturhinweise **59**

Bilder

Bild A.1 — Darstellung der relativen Vergleichstandardabweichung (RSD_R) in Abhängigkeit von der Konzentration (mmol/kg) **50**

Bild C.1 — Extrahierte Ionenchromatogramme (Modus Multiple Reaction Monitoring) einer Glucosinolat-Standardmischung von 1 nmol/ml **56**

Bild C.2 — Extrahierte Ionenchromatogramme (Modus Multiple Reaction Monitoring) der im Referenzmaterial ERM-BC366 vorhandenen Glucosinolate **56**

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 **19**

Tabelle A.1 — Präzisionsdaten zum Gesamtgehalt an Glucosinolaten **28**

Tabelle A.2 — Präzisionsdaten zu Epiprogroitrin **29**

Tabelle A.3 — Präzisionsdaten zu Glucoallysin **30**

Tabelle A.4 — Präzisionsdaten zu Glucoarabin **31**

Tabelle A.5 — Präzisionsdaten zu Glucobrassicanapin **32**

Tabelle A.6 — Präzisionsdaten zu Glucobrassicin **33**

Tabelle A.7 — Präzisionsdaten zu Glucocamelinin **34**

Tabelle A.8 — Präzisionsdaten zu Glucoerucin **35**

Tabelle A.9 — Präzisionsdaten zu Glucoiberin **36**

Tabelle A.10 — Präzisionsdaten zu Gluconapin **37**

Tabelle A.11 — Präzisionsdaten zu Gluconapoleiferin ... **38**

Tabelle A.12 — Präzisionsdaten zu Gluconasturtiin ... **39**

Tabelle A.13 — Präzisionsdaten zu Glucoraphanin ... **40**

Tabelle A.14 — Präzisionsdaten zu Glucoraphenin ... **41**

Tabelle A.15 — Präzisionsdaten zu Glucotropaeolin ... **42**

Tabelle A.16 — Präzisionsdaten zu Homoglucocamelinin ... **43**

Tabelle A.17 — Präzisionsdaten zu 4-Hydroxyglucobrassicin ... **44**

Tabelle A.18 — Präzisionsdaten zu 4-Methoxyglucobrassicin ... **45**

Tabelle A.19 — Präzisionsdaten zu Neoglucobrassicin ... **46**

Tabelle A.20 — Präzisionsdaten zu Progoitrin ... **47**

Tabelle A.21 — Präzisionsdaten zu Sinalbin ... **48**

Tabelle A.22 — Präzisionsdaten zu Sinigrin ... **49**

Tabelle B.1 — HPLC-Gradientenprogramm ... **52**

Tabelle B.2 — MS-Geräteeinstellungen ... **52**

Tabelle B.3 — Für die MS des Zielanalyten geeignete Ionenübergänge ... **52**

Tabelle D.1 — Liste der Glucosinolat-Standards aus kommerziellen Quellen ... **57**