

E DIN EN 17683:2021-07 (D/E)

Erscheinungsdatum: 2021-06-18

Futtermittel - Probenahme- und Untersuchungsverfahren - Bestimmung von Pyrrolizidinalkaloide in Futtermitteln mittels LC-MS/MS; Deutsche und Englische Fassung prEN 17683:2021

Animal feeding stuffs: Methods of sampling and analysis - Determination of pyrrolizidine alkaloids in animal feeding stuff by LCMS/MS; German and English version prEN 17683:2021

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 Extraktionslösung	9
4.5.2 Wässrige ammoniakalische Lösung (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 Qualitätslenkung	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 Qualitätslenkung – Leistungskriterien.....	18
9 Präzision	18
9.1 Allgemeines	18

9.2	Wiederholpräzision.....	18
9.3	Vergleichpräzision.....	19
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	Einleitung.....	58
D.2	Anwendungsbereich.....	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.3.5.1	Allgemeines	59
D.3.5.2	Arbeitslösung mit freien PA-Basen, 1 µg/ml	59
D.3.5.3	Arbeitslösung mit PA-N-Oxiden, 1 µg/ml.....	59
D.3.6	Geräte.....	60
D.3.7	Durchführung.....	60
D.3.7.1	Allgemeines	60
D.3.7.2	Probenvorbereitung.....	60
D.3.7.3	Extraktion	60
D.3.7.4	SPE-Verfahren.....	60
D.3.7.5	Rekonstitution der Probe	60
D.3.7.6	Proben zur Qualitätslenkung.....	61
D.3.7.7	Kalibrierung mithilfe von matrixangepassten Standards (MMS)	61
D.3.8	HPLC-MS/MS-Analyse	61
D.3.9	Ergebnisse	61
D.3.9.1	Peakidentifizierung	61
D.3.9.2	Kalibrierfunktion	61
D.3.9.3	Quantifizierung	62
D.3.9.4	Angabe der Ergebnisse.....	62
D.3.9.5	Qualitätslenkung – Leistungskriterien.....	62
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	68
Anhang E (informativ) Liste der potenziell ko-eluierenden Pyrrolizidinalkaloid(PA)-Isomere.....		69
Literaturhinweise		70