

# DIN EN 17049:2018-05 (D)

Futtermittel: Probenahme- und Untersuchungsverfahren - Identifizierung von Tylosin, Spiramycin, Virginiamycin, Carbadox und Olaquinox 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 Olaquinox-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 Wiederfindungsprozentanteils.....	30
Anhang D (informativ) Annahmeformular für Analysenserie und Probe .....		31
Literaturhinweise .....		32