

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