DIN EN 17212:2019-11 (D)

Futtermittel - Probenahme- und Untersuchungsverfahren - Bestimmung des Gehaltes von Melamin und Cyanursäure mittels flüssigkeitschromatographischem Verfahren mit massenspektrometrischem Nachweis (LC-MS/MS); Deutsche Fassung EN 17212:2019

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort ... 3

Einleitung ... 4

1 Anwendungsbereich ... 5

2 Normative Verweisungen ... 5

3 Begriffe ... 6

4 Kurzbeschreibung ... 10

5 Reagenzien ... 10
5.1 Allgemeines ... 10
5.2 Chemikalien ... 10
5.3 Standardlösungen ... 12

6 Prüfgeräte ... 14

7 Vorbereitung der Probe ... 15
7.1 Allgemeines ... 15
7.2 Laborprobe ... 15
7.3 Untersuchungsmaterial ... 15
7.4 Probenmaterial ... 16

8 Durchführung ... 16
8.1 Allgemeines ... 16
8.2 Screening-Verfahren ... 16
8.3 Bestätigungsverfahren ... 17
8.4 Qualitätskontrollmaßnahmen beim Screening-Verfahren ... 19
8.5 Qualitätskontrollmaßnahmen beim Bestätigungsverfahren ... 20

9 HPLC-MS/MS-Analyse ... 20
9.1 Allgemeines ... 20
9.2 HPLC-Betriebsbedingungen ... 21
9.3 Bestimmung von Melamin und Cyanursäure in Prüflösungen der Probe ... 21

10 Berechnung ... 22
10.1 Peakidentifizierung ... 22
10.2 Quantitative Bestimmung (Bestätigungsverfahren) ... 22

11 Präzision ... 23
11.1 Ringversuch ... 23
11.2 Wiederholgrenze ... 23
11.3 Vergleichgrenze ... 24

12 Untersuchungsbericht ... 24

Anhang A (informativ) Beispiele für geeignete HPLC-MS/MS-Bedingungen ... 25
A.1 Beispiel für geeignete HPLC-Bedingungen ... 25
A.2 Für SCIEX API 4000 Q-Trap oder API 4000 geeignetes Beispiel ... 25

Anhang B (informativ) Ergebnisse des internationalen Ringversuchs ... 27

Anhang C (informativ) Ergebnisse der laborinternen Validierung des Verfahrens 30
Anhang D (informativ) Typische Chromatogramme 33
Literaturhinweise 35