DIN EN 17683:2023-04 (D)

Futtermittel - Probenahme- und Untersuchungsverfahren - Bestimmung von Pyrrolizidinalkaloiden in Futtermitteln mittels LC-MS/MS; Deutsche Fassung EN 17683:2023

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 Eine 0,05-mol/l-Extraktionslösung von wässriger Schwefelsäure 9
4.5.2 Wässrige ammoniakalische Lösung (20/80) (Volumenanteil in %) 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 Qualitätskontrolle 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 Qualitätskontrolle – Leistungskriterien 17

9 Präzision 18
9.1 Allgemeines 18
9.2 Wiederholpräzision 18
9.3 Vergleichpräzision 18

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 Allgemeines **58**
D.2 Einleitung **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.3.6 Geräte **59**
D.3.7 Durchführung **60**
D.3.8 HPLC-MS/MS-Analyse **61**
D.3.9 Ergebnisse **61**
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 **67**
Anhang E (informativ) Liste der potentiell ko-eluierenden Pyrrolizidinalkaloid(PA)-Isomere **68**
Literaturhinweise **69**