

DIN EN 17853:2023-06 (D)

Futtermittel - Probenahme- und Untersuchungsverfahren - Bestimmung von intakten Glucosinolaten in Futtermittel-Ausgangserzeugnissen und Mischfuttermitteln mittels LC-MS/MS; Deutsche Fassung EN 17853:2023

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort.....	8
Einleitung	9
1 Anwendungsbereich.....	10
2 Normative Verweisungen	11
3 Begriffe	11
4 Kurzbeschreibung.....	11
5 Reagenzien	11
5.1 Analysestandards.....	11
5.2 Chemikalien	12
5.3 Standardlösungen	13
5.4 Reagenzien	16
5.5 Qualitätskontrollmaterial	16
6 Geräte.....	16
7 Durchführung	17
7.1 Probenvorbehandlung.....	17
7.2 Prüfmenge	18
7.2.1 Ölsaaten und Ölsaatenerzeugnisse.....	18
7.2.2 Mischfuttermittel	18
7.3 Extraktion	18
7.3.1 Ölsaaten und Ölsaatenerzeugnisse.....	18
7.3.2 Mischfuttermittel	18
7.3.3 Wiederfindungsprobe für Mischfuttermittel	19
7.3.4 Herstellung der Kalibrierstandards in einem Blindprobenextrakt	19
8 LC-MS/MS-Analyse	20
8.1 Allgemeines.....	20
8.2 Analysensequenz.....	21
8.2.1 Ölsaaten und Ölsaatenerzeugnisse.....	21
8.2.2 Mischfuttermittel	22
9 Auswertung der Ergebnisse	22
9.1 Identifizierung.....	22
9.2 Quantifizierung.....	22
9.2.1 Allgemeines.....	22
9.2.2 Linearität der Kalibrierkurve	23
9.2.3 Berechnung der Glucosinolatkonzentration in der Ölsaat oder dem Ölsaatenerzeugnis	23
9.2.4 Berechnung der Glucosinolatkonzentration im Mischfuttermittel	23
9.3 Angabe der Ergebnisse	24
10 Präzision	25
10.1 Allgemeines.....	25
10.2 Wiederholpräzision.....	25
10.3 Vergleichpräzision.....	25

11	Untersuchungsbericht.....	25
	Anhang A (informativ) Präzisionsdaten.....	27
	Anhang B (informativ) Beispiel für LC-MS/MS-Bedingungen.....	51
B.1	Allgemeines.....	51
B.2	Chromatographische Bedingungen.....	51
B.3	MS-Bedingungen.....	52
	Anhang C (informativ) Beispiele für Chromatogramme	55
	Anhang D (informativ) Glucosinolat-Standards aus kommerziellen Quellen.....	57
	Literaturhinweise.....	59

Bilder

Bild A.1	— Darstellung der relativen Vergleichstandardabweichung (RSD_R) in Abhängigkeit von der Konzentration (mmol/kg)	50
Bild C.1	— Extrahierte Ionenchromatogramme (Modus Multiple Reaction Monitoring) einer Glucosinolat-Standardmischung von 1 nmol/ml	56
Bild C.2	— Extrahierte Ionenchromatogramme (Modus Multiple Reaction Monitoring) der im Referenzmaterial ERM-BC366 vorhandenen Glucosinolate.....	56

Tabellen

Tabelle 1	— Zusammenfassung der im Ringversuch geprüften Glucosinolat-Konzentrationsbereiche.....	10
Tabelle 2	— Vorbereitung der Standard-Stammlösungen	13
Tabelle 3	— Herstellung der Kalibrierstandards in wässriger Lösung.....	15
Tabelle 4	— Herstellung der Kalibrierstandards in einem Blindprobenextrakt.....	19
Tabelle A.1	— Präzisionsdaten zum Gesamtgehalt an Glucosinolaten	28
Tabelle A.2	— Präzisionsdaten zu Epiprogroitrin	29
Tabelle A.3	— Präzisionsdaten zu Glucoallysin	30
Tabelle A.4	— Präzisionsdaten zu Glucoarabin	31
Tabelle A.5	— Präzisionsdaten zu Glucobrassicinapin.....	32
Tabelle A.6	— Präzisionsdaten zu Glucobrassicin	33
Tabelle A.7	— Präzisionsdaten zu Gluocamelinin.....	34
Tabelle A.8	— Präzisionsdaten zu Glucoerucin	35
Tabelle A.9	— Präzisionsdaten zu Glucoiberin	36
Tabelle A.10	— Präzisionsdaten zu Gluconapin	37

Tabelle A.11 — Präzisionsdaten zu Gluconapoleiferin.....	38
Tabelle A.12 — Präzisionsdaten zu Gluconasturtiin	39
Tabelle A.13 — Präzisionsdaten zu Glucoraphanin.....	40
Tabelle A.14 — Präzisionsdaten zu Glucoraphenin.....	41
Tabelle A.15 — Präzisionsdaten zu Glucotropaeolin	42
Tabelle A.16 — Präzisionsdaten zu Homogluccamelinin	43
Tabelle A.17 — Präzisionsdaten zu 4-Hydroxyglucobrassicin.....	44
Tabelle A.18 — Präzisionsdaten zu 4-Methoxyglucobrassicin	45
Tabelle A.19 — Präzisionsdaten zu Neoglucobrassicin.....	46
Tabelle A.20 — Präzisionsdaten zu Progoitrin	47
Tabelle A.21 — Präzisionsdaten zu Sinalbin.....	48
Tabelle A.22 — Präzisionsdaten zu Sinigrin	49
Tabelle B.1 — HPLC-Gradientenprogramm.....	52
Tabelle B.2 — MS-Geräteeinstellungen	52
Tabelle B.3 — Für die MS des Zielanalyten geeignete Ionenübergänge.....	52
Tabelle D.1 — Liste der Glucosinolat-Standards aus kommerziellen Quellen.....	57