

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 |