

DIN EN 17212



ICS 65.120

**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**

Animal Feeding stuffs –
Methods of sampling and analysis –
Determination of melamine and cyanuric acid content by liquid chromatographic method with
mass spectrometric detection (LC-MS/MS);
German version EN 17212:2019

Aliments des animaux –
Méthodes d'échantillonnage et d'analyse –
Détermination des teneurs en mélanine et en acide cyanurique par chromatographie liquide
couplée à la spectrométrie de masse (LC-MS/MS);
Version allemande EN 17212:2019

Gesamtumfang 37 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 17212:2019) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 327 „Futtermittel — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-03-03 AA „Futtermittel“ im DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL).

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 3534-2:2006	siehe	DIN ISO 3534-2:2013-12
ISO 5725-1	siehe	DIN ISO 5725-1
ISO 5725-2:1994	siehe	DIN ISO 5725-2:2002-12
ISO 11843-2	siehe	DIN ISO 11843-2
ISO 24276:2006	siehe	DIN EN ISO 24276:2013-10

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 24276:2013-10, *Lebensmittel — Verfahren zum Nachweis von gentechnisch modifizierten Organismen und ihren Produkten — Allgemeine Anforderungen und Definitionen (ISO 24276:2006 + Amd 1:2013); Deutsche Fassung EN ISO 24276:2006 + A1:2013*

DIN ISO 3534-2:2013-12, *Statistik — Begriffe und Formelzeichen — Teil 2: Angewandte Statistik (ISO 3534-2:2006); Text Deutsch und Englisch*

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Meßverfahren und Meßergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe*

DIN ISO 5725-2:2002-12, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens (ISO 5725-2:1994 einschließlich Technisches Korrigendum 1:2002)*

DIN ISO 11843-2, *Erkennungsfähigkeit — Teil 2: Verfahren im Fall der linearen Kalibrierung*

Deutsche Fassung

Futtermittel —
Probenahme- und Untersuchungsverfahren —
Bestimmung des Gehaltes von Melamin und Cyanursäure
mittels flüssigkeitschromatographischem Verfahren mit
massenspektrometrischem Nachweis (LC-MS/MS)

Animal Feeding stuffs —
Methods of sampling and analysis —
Determination of melamine and cyanuric acid content
by liquid chromatographic method with mass
spectrometric detection (LC-MS/MS)

Aliments des animaux —
Méthodes d'échantillonnage et d'analyse —
Détermination des teneurs en mélanine et en acide
cyanurique par chromatographie liquide couplée à la
spectrométrie de masse (LC-MS/MS)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 7. Juli 2019 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim CEN-CENELEC-Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

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

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 17212:2019) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 327 „Futtermittel — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis März 2020, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis März 2020 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument wurde im Rahmen eines Mandats erarbeitet, das die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone CEN erteilt haben.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Einleitung

Das vorliegende Dokument wurde als Antwort auf den Bedarf an einem zuverlässigen Verfahren zum Nachweis und zur quantitativen Bestimmung von Melamin und Cyanursäure in Futtermitteln erarbeitet. Beide Substanzen wurden illegal in Futtermittel eingemischt.

WARNUNG — Das in dieser Norm beschriebene Verfahren beinhaltet die Verwendung von Reagenzien, die eine Gefahr für die Gesundheit darstellen. Die Norm erhebt nicht den Anspruch, alle damit verbundenen Sicherheitsprobleme anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Norm, vor der Anwendung dieser Norm geeignete Maßnahmen für den Gesundheitsschutz und die Sicherheit des Personals zu ergreifen, und sicherzustellen, dass behördliche und gesetzliche Anforderungen eingehalten werden.

1 Anwendungsbereich

Das vorliegende Dokument legt ein hochleistungsflüssigkeitschromatographisches Verfahren (HPLC) mit massenspektrometrischem Nachweis (MS) für das Screening und die quantitative Bestimmung von Melamin und Cyanursäure in dem Konzentrationsbereich zwischen 1 mg/kg und 100 mg/kg Futtermittel fest.

Das Verfahren wurde in einem internationalen Ringversuch für Melamin in Alleinfuttermittel, Ergänzungsfuttermittel, Einzelfuttermittel, Milchaustausch-Futtermittel und Heimtierfuttermittel, einschließlich Dosenfutter für Heimtiere, im Bereich zwischen 1 mg/kg und 80 mg/kg unter besonderer Berücksichtigung des durch die Europäische Kommission festgelegten Höchstgehaltes von 2,5 mg/kg validiert.

Laborerfahrungen haben gezeigt, dass das Verfahren auch für Cyanursäure im gleichen Konzentrationsbereich in Alleinfuttermittel ($n = 7$), Ergänzungsfuttermittel ($n = 6$), Einzelfuttermittel ($n = 7$ bzw. 9), Milchaustausch-Futtermittel ($n = 7$) und Heimtierfuttermittel ($n = 7$), einschließlich Dosenfutter für Heimtiere, anwendbar ist.

Da die Empfindlichkeit der LC-MS/MS für Cyanursäure geringer ist als für Melamin, ist sicherzustellen, dass sich das LC-MS/MS-System in ausgezeichnetem Betriebszustand befindet. Das Verfahren gilt für Futtermittel, wurde jedoch nicht für Vormischungen und Futtermittelzusatzstoffe geprüft.

Die quantitative Bestimmung von Konzentrationen über 100 mg/kg ist möglich, aber das Verfahren muss durch den Bearbeiter validiert werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

EN ISO 6497, *Futtermittel — Probenahme (ISO 6497)*

EN ISO 6498:2012, *Futtermittel — Leitfaden für die Probenvorbereitung (ISO 6498:2012)*

EN ISO/IEC 17043:2010, *Konformitätsbewertung — Allgemeine Anforderungen an Eignungsprüfungen (ISO/IEC 17043:2010)*

ISO 3534-2:2006, *Statistics — Vocabulary and symbols — Part 2: Applied statistics*

ISO 16577:2016, *Molecular biomarker analysis — Terms and definitions*

ISO 24276:2006, *Foodstuffs — Methods of analysis for the detection of genetically modified organisms and derived products — General requirements and definitions*

ISO/IEC GUIDE 99:2007, *International vocabulary of metrology — Basic and general concepts and associated terms (VIM)*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <http://www.iso.org/obp>

3.1

Kalibrierung

vollständiger Satz von Tätigkeiten, mit dem die Kalibrierfunktion unter den angegebenen Bedingungen geschätzt wird aus Beobachtungswerten der Messgröße, die für mehrere Bezugszustände erhalten worden sind

[QUELLE: ISO 3534-2:2006, 3.5.13]

3.2

Kalibrierfunktion

funktionale Beziehung zwischen dem erwarteten Wert der Messgröße und dem Wert der Zustandsgrößendifferenz

[QUELLE: ISO 3534-2:2006, 3.5.12]

3.3

Dosenfutter für Heimtiere

Futtermittelprodukt für Heimtiere, das in Dosen oder ähnlichen Behältnissen zur Konservierung verarbeitet, verpackt, luftdicht verschlossen und sterilisiert wurde

[QUELLE: EN ISO 6498:2012, 2.3.15]

3.4

Ringversuch

Vergleichsprüfung zwischen Laboratorien

Organisation, Durchführung und Bewertung von Messungen oder Prüfungen gleicher oder gleichartiger Prüfgegenstände durch zwei oder mehrere Laboratorien nach vorgegebenen Bedingungen

Anmerkung 1 zum Begriff: Vergleiche zwischen Laboratorien werden für vielfältige Zwecke genutzt und kommen in zunehmendem Maße international zur Anwendung. Vergleiche zwischen Laboratorien kommen üblicherweise für folgende Zwecke zum Einsatz: Überprüfung der Leistungsmerkmale eines Verfahrens, im Englischen häufig beschrieben als „Collaborative trial“ [QUELLE: EN ISO/IEC 17043:2010, Einleitung].

[QUELLE: EN ISO/IEC 17043:2010, 3.4]

3.5

Ergänzungsfuttermittel

Mischfuttermittel, das einen hohen Gehalt an bestimmten Stoffen aufweist, aber aufgrund seiner Zusammensetzung nur mit anderen Futtermitteln zusammen für eine tägliche Ration ausreicht

[QUELLE: Verordnung (EG) Nr. 767/2009 (Artikel 3, 1j)] [1]

3.6

Alleinfuttermittel

Mischfuttermittel, das wegen seiner Zusammensetzung für eine tägliche Ration ausreicht

[QUELLE: Verordnung (EG) Nr. 767/2009 (Artikel 3, 1i)] [1]

3.7

Mischfuttermittel

Mischung aus mindestens zwei Einzelfuttermitteln, mit Futtermittelzusatzstoffen oder ohne Futtermittelzusatzstoffe, die zur oralen Fütterung in Form eines Alleinfuttermittels oder Ergänzungsfuttermittels bestimmt sind

[QUELLE: Verordnung (EG) Nr. 767/2009 (Artikel 3, 1h)] [1]

3.8

kontaminierte Materialien

Futtermittel, die einen höheren Gehalt an unerwünschten Stoffen enthalten als gemäß der Richtlinie 2002/32/EG zulässig ist

[QUELLE: Verordnung (EG) Nr. 767/2009 (Artikel 3, 1p)] [1]

3.9

Nachweisgrenze

Grenze der Nachweisbarkeit

gemessener Größenwert, der mittels eines vorgegebenen Messverfahrens erhalten wird, für den die Wahrscheinlichkeit, fälschlich das Fehlen einer Komponente in einem Material anzugeben, β ist, bei einer Wahrscheinlichkeit von α , ihre Anwesenheit fälschlicherweise anzugeben

Anmerkung 1 zum Begriff: Die IUPAC empfiehlt Standardwerte für α und β von 0,05.

Anmerkung 2 zum Begriff: Manchmal wird auch die englische Abkürzung LOD benutzt.

Anmerkung 3 zum Begriff: Von der Benennung „Empfindlichkeit“ für „Nachweisgrenze“ wird abgeraten.

[QUELLE: ISO/IEC Guide 99:2007, 4.18]

3.10

Einzelfuttermittel

Erzeugnisse pflanzlichen oder tierischen Ursprungs, die vorrangig zur Deckung des Ernährungsbedarfs von Tieren dienen, im natürlichen Zustand, frisch oder haltbar gemacht, und Erzeugnisse ihrer industriellen Verarbeitung sowie organische oder anorganische Stoffe, mit Futtermittelzusatzstoffen oder ohne Futtermittelzusatzstoffe, die zur Tierernährung durch orale Fütterung bestimmt sind, sei es unmittelbar als solche oder in verarbeiteter Form, für die Herstellung von Mischfuttermitteln oder als Trägerstoff für Vormischungen

[QUELLE: Verordnung (EG) Nr. 767/2009 (Artikel 3, 1g)] [1]

3.11

HorRat

Verhältnis der relativen Vergleichstandardabweichung zu der nach der Horwitz-Gleichung berechneten Standardabweichung

Anmerkung 1 zum Begriff: Vorhergesagte relative Standardabweichung $PRSD_R = 2 C^{-0,15}$

$$\text{HorRat}_R = RSD_R / PRSD_R \quad (1)$$

$$\text{HorRat}_r = RSD_r / PRSD_R \quad (2)$$

Anmerkung 2 zum Begriff: Bei Anwendung auf Untersuchungen innerhalb eines Laboratoriums beträgt der übliche Bereich von $\text{HorRat}(r)$ 0,30 bis 1,30.

Anmerkung 3 zum Begriff: Um die ordnungsgemäße Berechnung von $PRSD_R$ zu überprüfen, sollte eine C von 10^{-6} eine $PRSD_R$ von 16 % ergeben. C ist die Konzentration, angegeben als Massenanteil (sowohl Zähler als auch Nenner werden in den gleichen Einheiten angegeben). Der HorRat-Wert lässt bei einer überwiegenden Mehrheit von Verfahren in der Chemie auf die Verfahrensleistung schließen. Übliche Werte liegen zwischen 0,50 und 2,00.

[QUELLE: ISO 16577:2016, 3.75]

3.12

Milchaustausch-Futtermittel

Mischfuttermittel, das in trockener Form oder nach Auflösung in einer bestimmten Flüssigkeitsmenge jungen Tieren in Ergänzung oder als Ersatz der postkolostralen Muttermilch verabreicht oder an zur Schlachtung bestimmte junge Tiere wie Kälber, Lämmer oder Kitze verfüttert wird

[QUELLE: Verordnung (EG) Nr. 767/2009 (Artikel 3, 1l)] [1]]

3.13

Präzision

Ausmaß der Übereinstimmung zwischen den Anzeigen oder den gemessenen Größenwerten, die durch wiederholte Messungen an denselben oder ähnlichen Objekten unter festgelegten Bedingungen erhalten wurden

Anmerkung 1 zum Begriff: Messpräzision wird üblicherweise numerisch durch Maße der Ungenauigkeit angegeben, wie Standardabweichung, Varianz oder Variationskoeffizient, unter den festgelegten Messbedingungen.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die „festgelegten Messbedingungen“ können z. B. Wiederholbedingungen, Zwischenbedingungen der Präzision oder Vergleichbedingungen der Messung (siehe ISO 5725-1) [2] sein.

Anmerkung 3 zum Begriff: Messpräzision wird verwendet, um die Wiederholpräzision, die Präzision unter Zwischenbedingungen und die Vergleichpräzision einer Messung zu definieren.

Anmerkung 4 zum Begriff: Manchmal wird „Messpräzision“ auch fälschlicherweise für „Messgenauigkeit“ benutzt.

[QUELLE: ISO/IEC Guide 99:2007, 2.15]

3.14

Wiederholpräzision

Präzision unter Wiederholbedingungen

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Wiederholpräzision kann zahlenmäßig ausgedrückt werden durch Merkmale für die Streuung der Ergebnisse.

[QUELLE: ISO 3534-2:2006, 3.3.5]

3.15

Wiederholbedingungen

Beobachtungsbedingungen, bei denen voneinander unabhängige Ergebnisse nach demselben Verfahren an identischen Untersuchungseinheiten in demselben Laboratorium von demselben Bearbeiter mit derselben Geräteausrüstung innerhalb einer kurzen Zeitspanne ermittelt werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Wiederholbedingungen umfassen:

- dasselbe Messverfahren oder Ermittlungsverfahren;
- denselben Bearbeiter;
- dieselbe Geräteausrüstung, die unter denselben Bedingungen benutzt wird;

- denselben Ort;
- die Wiederholung innerhalb einer kurzen Zeitspanne.

[QUELLE: ISO 3534-2:2006, 3.3.6]

3.16

Wiederholgrenze

r

kritischer Wiederholdifferenzbetrag für eine festgelegte Wahrscheinlichkeit von 95 %

[QUELLE: ISO 3534-2:2006, 3.3.9]

3.17

Wiederholstandardabweichung

Standardabweichung von Ermittlungsergebnissen oder Messergebnissen, die unter Wiederholbedingungen ermittelt werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Wiederholstandardabweichung ist ein Maß für die Streuung der Verteilung der Ermittlungs- oder der Messergebnisse unter Wiederholbedingungen.

Anmerkung 2 zum Begriff: In gleicher Weise können „Wiederholvarianz“ und „Wiederholvariationskoeffizient“ definiert werden; diese können als Maße für die Streuung der Ermittlungs- oder der Messergebnisse unter Wiederholbedingungen benutzt werden.

[QUELLE: ISO 3534-2:2006, 3.3.7]

3.18

Vergleichpräzision

Präzision unter Vergleichbedingungen

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Vergleichpräzision kann zahlenmäßig ausgedrückt werden durch die Merkmale für die Dispersion (0) der Ergebnisse.

Anmerkung 2 zum Begriff: Unter Ergebnissen werden üblicherweise korrigierte Ergebnisse verstanden.

[QUELLE: ISO 3534-2:2006, 3.3.10]

3.19

Vergleichbedingungen

Beobachtungsbedingungen, bei denen voneinander unabhängige Ergebnisse erhalten werden, die mit demselben Verfahren an identischen Untersuchungseinheiten in verschiedenen Laboratorien von verschiedenen Bearbeitern mit verschiedener Geräteausrüstung gewonnen wurden

[QUELLE: ISO 3534-2:2006, 3.3.11]

3.20

Vergleichgrenze

R

kritischer Vergleichdifferenzbetrag für eine festgelegte Wahrscheinlichkeit von 95 %

[QUELLE: ISO 3534-2:2006, 3.3.14]

3.21

Vergleichstandardabweichung

Standardabweichung von Ermittlungsergebnissen oder Messergebnissen, die unter Vergleichbedingungen erhalten wurden

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Vergleichstandardabweichung ist ein Maß für die Streuung der Verteilung der Ermittlungs- oder der Messergebnisse unter Vergleichbedingungen.

Anmerkung 2 zum Begriff: In gleicher Weise können „Vergleichvarianz“ und „Vergleichvariationskoeffizient“ definiert werden; diese können als Maße für die Streuung der Ermittlungs- oder der Messergebnisse unter Wiederholbedingungen benutzt werden.

[QUELLE: ISO 3534-2:2006, 3.3.12]

3.22

Screening-Verfahren

Verfahren zum schnellen und zuverlässigen Aussondern („screen“) einer großen Anzahl negativer (oder positiver) Untersuchungsproben und Beschränken der Anzahl an Untersuchungsproben, die die Anwendung eines exakten Verfahrens erfordern

[QUELLE: ISO 24276:2006, 3.1.24]

4 Kurzbeschreibung

Um das Vorhandensein von Melamin und Cyanursäure in einem Screening-Verfahren zu überprüfen, werden die Proben mit einem Gemisch aus Trichloressigsäure, Acetonitril und Wasser extrahiert.

Der Extrakt wird weiter mit Acetonitril verdünnt, zentrifugiert und in das LC-MS/MS-System injiziert. Bei Proben, die im Screening-Verfahren positiv geprüft wurden, muss ein Bestätigungsverfahren durchgeführt werden.

Beim Bestätigungsverfahren wird ein interner Standard hinzugefügt. Die Extraktion wird dreimal durchgeführt. Das erste Mal erfolgt sie mit einem Gemisch aus Trichloressigsäure, Acetonitril und Wasser. Das zweite Mal erfolgt sie zweifach mit einem Gemisch aus Acetonitril und Wasser.

Nach dem Verdünnen und Zentrifugieren wird der Überstand in das LC-MS/MS-System injiziert.

Die quantitative Bestimmung von Melamin und/oder Cyanursäure erfolgt mittels Standardaddition.

5 Reagenzien

5.1 Allgemeines

Sofern nicht anders festgelegt, sind nur Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit oder besser zu verwenden.

WARNHINWEIS — Die Inhalation von und das Aussetzen gegenüber toxischen Materialien und Lösungen davon sind zu vermeiden. Bei der Handhabung von Lösemitteln und Lösungen ist in einem Abzugschrank zu arbeiten. Sicherheitsbrille und Schutzkleidung sind zu tragen und Hautkontakt ist zu vermeiden.

5.2 Chemikalien

5.2.1 Diethylamin (DEA)

5.2.2 Trichloressigsäure (TCA)