

DIN EN 17362



ICS 65.120

**Futtermittel: Probenahme- und Untersuchungsverfahren –
Bestimmung von Pentachlorphenol (PCP) in Futtermittel und
Mischfuttermittel mittels LC-MS/MS;
Deutsche Fassung EN 17362:2020**

Animal feeding stuffs: Methods of sampling and analysis –
Determination of pentachlorophenol (PCP) in feed materials and compound feed by
LC-MS/MS;
German version EN 17362:2020

Aliments pour animaux: Méthodes d'échantillonnage et d'analyse –
Détermination de la teneur en pentachlorophénol (PCP) dans les matières premières pour
aliments des animaux et les aliments composés pour animaux par CL-SM/SM;
Version allemande EN 17362:2020

Gesamtumfang 21 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 17362:2020) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 327 „Futtermittel — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

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

Für die in diesem Dokument zitierten 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	siehe	DIN ISO 5725-2
ISO 5725-5	siehe	DIN ISO 5725-5

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

DIN ISO 5725-5, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 5: Alternative Methoden für die Ermittlung der Präzision eines vereinheitlichten Messverfahren*

Deutsche Fassung

**Futtermittel: Probenahme- und Untersuchungsverfahren —
Bestimmung von Pentachlorphenol (PCP) in Futtermittel und
Mischfuttermittel mittels LC-MS/MS**

Animal feeding stuffs: Methods of sampling and analysis —
Determination of pentachlorophenol (PCP) in feed
materials and compound feed by LC-MS/MS

Aliments pour animaux: Méthodes d'échantillonnage et
d'analyse —
Détermination de la teneur en pentachlorophénol (PCP)
dans les matières premières pour aliments des animaux et
les aliments composés pour animaux par CL-SM/SM

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 7. März 2020 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
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	7
5 Reagenzien und Materialien	7
5.1 Allgemeines	7
5.2 Chemikalien	7
6 Geräte	10
7 Probenahme	11
8 Vorbereitung der Untersuchungsprobe	12
9 Durchführung	12
9.1 Allgemeines	12
9.2 Prüfmengen und Extraktion	12
9.3 LC-MS/MS	13
10 Berechnung und Angabe der Ergebnisse	14
10.1 Allgemeines	14
10.2 Kalibrierkriterien	14
10.3 Identifizierung und Bestätigung	14
10.4 Berechnung	14
10.5 Wiederfindung	15
11 Präzision	16
11.1 Ringversuch	16
11.2 Wiederholgrenze	16
11.3 Vergleichgrenze	16
12 Untersuchungsbericht	16
Anhang A (informativ) Ringversuch	17
Literaturhinweise	19

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 17362:2020) 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 Oktober 2020, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Oktober 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 Normungsauftrages erarbeitet, den die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelsassoziation 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.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein flüssigkeitschromatographisches Verfahren mit Nachweis mittels Triple-Quadrupol-Massenspektrometrie (MS/MS) für die Bestimmung von Pentachlorphenol (PCP) in Einzelfutter- und Mischfuttermitteln fest.

Die Bestimmungsgrenze (en: limit of quantitation, LOQ) für die PCP-Bestimmung in Guarkernmehl, Fettsäuredestillaten (en: fatty acid distillates, FAD) und Mischfuttermitteln liegt bei 10 µg/kg. Die einzelnen Laboratorien sind selbst dafür verantwortlich sicherzustellen, dass die von ihnen verwendeten Geräte diese Bestimmungsgrenze auch erreichen.

Das Verfahren ist in einem internationalen Ringversuch für Pentachlorphenol in Mischfuttermitteln, Guarkernmehl und Fettsäuredestillat im Bereich zwischen 9 µg/kg und 22 µg/kg validiert worden.

Die Ergebnisse des Ringversuchs, an dem 16 Laboratorien teilnahmen, haben gezeigt, dass das Verfahren für die Bestimmung von PCP in Mischfuttermitteln, Guarkernmehl und FAD beim gewünschten Grenzwert von 10 µg/kg anwendbar ist. Zufriedenstellende Ergebnisse (HorRat-Wert < 2) wurden für eine Mischfuttermittel-Probe, Guarkernmehl und die beiden FAD-Proben erhalten, während bei der zweiten Mischfuttermittel-Probe ein HorRat-Wert von 2,2 erhalten wurde.

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

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 <https://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 [1]]

3.2 Ringversuch
Vergleichsprüfung zwischen Laboratorien

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

[QUELLE: EN ISO/IEC 17043:2010, 3.4 [2]]

3.3

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(2)(g)) [3]]

3.4

HorRat

Verhältnis der relativen Standardabweichung der Vergleichspräzision zu der anhand der Horwitz-Gleichung berechneten

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 Labors liegt der normale Wertebereich für $\text{HorRat}(r)$ bei 0,30 bis 1,30.

Anmerkung 3 zum Begriff: Zur Kontrolle der ordnungsgemäßen Berechnung von $PRSD_R$ sollte ein Wert von 10^{-6} für C einen Wert von 16 % für $PRSD_R$ ergeben. C ist die Konzentration, ausgedrückt als Massenanteil (dabei sind Zähler und Nenner in derselben Einheit ausgedrückt). Der HorRat -Wert ist für die große Mehrheit der chemischen Verfahren ein Indikator für die Leistungsfähigkeit der Verfahren. Normale Werte liegen im Bereich zwischen 0,50 und 2,00.

[QUELLE: ISO 16577:2016, 3.75 [4]]

3.5

Bestimmungsgrenze

gemessener Größenwert, der nach einem gegebenen Messverfahren erhalten wurde und die niedrigste Konzentration einer Messgröße ist, die mit einem zulässigen Niveau von Wiederholpräzision und Richtigkeit bestimmt werden kann

Anmerkung 1 zum Begriff: Die „Bestimmungsgrenze“ gehört nicht zu den Begriffen, die in ISO/IEC Guide 99:2007 [5] definiert sind, wurde aber wie oben beschrieben festgelegt.

Anmerkung 2 zum Begriff: Gelegentlich wird auch die Abkürzung LOQ verwendet.

3.6

Präzision

Ausmaß der Übereinstimmung zwischen Anzeigen oder gemessenen Größenwerten, die in Wiederholungsmessungen an den gleichen oder ähnlichen Objekten unter vorgegebenen Bedingungen erhalten wurden

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Messpräzision wird üblicherweise numerisch durch Messgrößen der Ungenauigkeit wie Standardabweichung, Varianz oder Variationskoeffizient unter den vorgegebenen Bedingungen der Messung angegeben.

Anmerkung 2 zum Begriff: Bei den „vorgegebenen Bedingungen“ kann es sich beispielsweise um Wiederholbedingungen der Messung, Zwischenpräzisionsbedingungen der Messung oder Vergleichbedingungen der Messung handeln (siehe ISO 5725-1 [6]).