

DIN EN 17362

ICS 65.120

Einsprüche bis 2019-04-08

Entwurf

**Futtermittel: Probenahme- und Untersuchungsverfahren –
Bestimmung von Pentachlorophenol (PCP) in Futtermittel und
Mischfuttermittel mittels LC-MS/MS;
Deutsche und Englische Fassung prEN 17362:2019**

Animal feeding stuffs: Methods of sampling and analysis –
Determination of pentachlorophenol (PCP) in feed materials and compound feed by
LC-MS/MS;
German and English version prEN 17362:2019

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2019-02-08 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs
besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nal@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL), 10772 Berlin, Saatwinkler Damm 42/43, 13627 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten
Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 40 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17362:2019) 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).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

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	siehe	DIN ISO 5725-2
ISO 5725-5	siehe	DIN ISO 5725-5

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 Messverfahrens*

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

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: CEN-Umfrage
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.9p

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
9.2.1 Guargummi.....	12
9.2.2 Futtermittel.....	12
9.2.3 Fettsäuredestillat.....	13
9.3 LC-MSMS.....	13
9.3.1 Vorbereitung des Systems	13
9.3.2 Prüfung der Geräteeinstellungen	13
9.3.3 Bestimmung.....	14
10 Berechnung und Angabe der Ergebnisse.....	14
10.1 Allgemeines.....	14
10.2 Kalibrierkriterien	14
10.3 Identifizierung und Bestätigung.....	14
10.4 Berechnung	15
10.5 Wiederfindung	15
11 Präzision	16
11.1 Ringversuch	16
11.2 Wiederholgrenze.....	16
11.3 Vergleichsgrenze.....	16
12 Untersuchungsbericht	16
Anhang A (informativ) Ringversuch	17
Literaturverzeichnis	19

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17362:2019) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 327 „Futtermittel — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

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

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 (LOQ) für die PCP-Bestimmung in Guargummi, Fettsäuredestillaten (FAD) und Futtermitteln liegt bei 10 µg/kg. Die einzelnen Laboratorien sind selbst dafür verantwortlich sicherzustellen, dass die von ihm verwendeten Geräte diese Bestimmungsgrenze auch erreichen.

Das Verfahren ist in einem internationalen Ringversuch zur Pentachlorphenol-Bestimmung in Mischfutter, Guargummi 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 Mischfutter, Guargummi und FAD beim gewünschten Grenzwert von 10 µg/kg anwendbar ist. Zufriedenstellende Ergebnisse (HorRat-Wert < 2) wurden für eine Mischfutter-Probe, Guargummi und die beiden FAD-Proben erhalten, während bei der zweiten Mischfutter-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:

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

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 Ringversuch
Vergleichsprüfung zwischen Laboratorien

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

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

3.3

Nachweisgrenze

Wert der Messgröße, der nach einem gegebenen Messverfahren erhalten wurde, für den die Wahrscheinlichkeit der falschen Angabe der Abwesenheit einer Komponente in einem Material β ist, bei einer gegebenen Wahrscheinlichkeit α für die falsche Angabe ihrer Anwesenheit

Anmerkung 1 zum Begriff: Die IUPAC empfiehlt als Vorgabe für α und β jeweils den Wert 0,05.

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

Anmerkung 3 zum Begriff: Von der Verwendung des Begriffs „Empfindlichkeit“ anstelle von „Nachweisgrenze“ wird abgeraten.

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

3.4

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]

3.5

HorRat

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

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

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

$$\text{HorRat}_T = RSD_T / PRSD_R \quad (2)$$

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 Massenfraktion (dabei sind Zähler und Nenner in derselben Einheit ausgedrückt). Der HorRat-Wert ist bei den weitaus meisten chemischen Verfahren ein Indikator für die Leistungsfähigkeit des Verfahrens. Normale Werte liegen im Bereich zwischen 0,50 und 2,00.

[QUELLE: ISO 16577:2016, 3.75]

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) [2].

Anmerkung 3 zum Begriff: Die Messpräzision wird zur Bestimmung der Wiederholpräzision von Messungen, der Zwischenpräzision von Messungen und der Vergleichpräzision von Messungen verwendet.

Anmerkung 4 zum Begriff: In einigen Fällen wird der Begriff „Messpräzision“ fälschlicherweise alternativ zum Begriff „Messgenauigkeit“ verwendet.

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

3.7

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]

3.8

Wiederholgrenze

r

kritischer Wiederholdifferenzbetrag für eine festgelegte Wahrscheinlichkeit von 95 %

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

3.9

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]

3.10

Vergleichpräzision

Präzision unter Vergleichbedingungen

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

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

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

3.11

Vergleichgrenze

R

kritischer Vergleichdifferenzbetrag für eine festgelegte Wahrscheinlichkeit von 95 %

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

3.12

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 Vergleichbedingungen benutzt werden.

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

4 Kurzbeschreibung

Um auf das Vorhandensein von PCP zu prüfen, wird eine Prüfmenge des Probenmaterials mit internen Standards (^{13}C -PCP) angereichert. Die Prüfmenge (Einwaage) wird nach einer QuEChERS-Vorgehensweise für Futtermittel und FAD extrahiert.

Für Guargummi wird eine „umgekehrte“ QuEChERS- Vorgehensweise angewendet. Im Falle von FAD-Proben werden die Lipide vor der QuEChERS-Extraktion durch Zugabe von Schwefelsäure entfernt.

Die aus allen Matrices erhaltenen endgültigen Extrakte werden mittels Flüssigchromatographie, die mit einem Triple-Quadrupol-Massenspektrometer im negativen Elektrospray-Ionisationsmodus gekoppelt ist, analysiert.

Die Identifizierung erfolgt auf der Grundlage von Retentionszeit und Masse. Die Quantifizierung erfolgt nach dem Verfahren des Internen Standards.

5 Reagenzien und Materialien

5.1 Allgemeines

Es sind nur Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit und mit einer für die OC-Rückstandsanalyse geeigneten Reinheit zu verwenden. Die Reinheit der Reagenzien ist durch die Durchführung einer Blindwertbestimmung unter den gleichen Bedingungen, die in dem Verfahren angewendet werden, zu überprüfen. Das Chromatogramm sollte bei der Retentionszeit der zu analysierenden Verbindungen keine störenden Verunreinigungen zeigen.

5.2 Chemikalien

5.2.1 Diethylamin (DEA)

5.2.2 Acetonitril

5.2.3 Methanol

5.2.4 Aceton

5.2.5 n-Hexan

5.2.6 Schwefelsäure

5.2.7 Deionisiertes Wasser

5.2.8 Natriumhydroxid

5.2.8.1 Natriumhydroxidlösung (10 M)

4 g Natriumhydroxid (5.2.8) werden eingewogen und 10 ml deionisiertes Wasser (5.2.7) hinzugegeben, um eine Konzentration von 10 M zu erhalten. Die Lösung wird bei Raumtemperatur in einer verschlossenen Glasflasche aufbewahrt.

5.2.9 Magnesiumsulfat

5.2.10 Natriumchlorid

5.2.11 Ameisensäure

5.2.12 Ammoniumformiat

5.2.12.1 Ammoniumformiatlösung (1 M)

6,3 g Ammoniumformiat (5.2.12) werden eingewogen und 100 ml deionisiertes Wasser (5.2.7) hinzugegeben, um eine Konzentration von 1 M zu erhalten. Die Lösung wird bei Raumtemperatur aufbewahrt. Die Lösung ist unter diesen Bedingungen mindestens einen Monat haltbar.

5.2.13 Mobile Phase A

Zu 1 ml Ammoniumformiatlösung (1 M) (5.2.12.1) werden 999 ml deionisiertes Wasser (5.2.7) und 20 µl Ameisensäure (5.2.11) zugegeben. Die Lösung wird gut durchmischt. Die Lösung wird bei Raumtemperatur aufbewahrt. Die Lösung ist unter diesen Bedingungen mindestens einen Monat haltbar.

5.2.14 Mobile Phase B

Zu 1 ml Ammoniumformiatlösung (1 M) (5.2.12.1) werden 50 ml deionisiertes Wasser (5.2.7), 949 ml Methanol (5.2.3) und 20 µl Ameisensäure (5.2.11) zugegeben; anschließend wird gut durchmischt. Die Lösung wird bei Raumtemperatur aufbewahrt. Die Lösung ist unter diesen Bedingungen mindestens einen Monat haltbar.

5.2.15 Pentachlorphenol (PCP Natriumsalz, 95 % Reinheit)

5.2.15.1 PCP-Stammlösung 1 (2 000 µg/ml)

25 mg ($\pm 0,01$ mg) PCP (5.2.15) (unter Berücksichtigung von Verunreinigungen) werden eingewogen und 12,5 ml deionisiertes Wasser (5.2.7) hinzugegeben, um eine Konzentration von 2 000 µg/ml zu erhalten. Die Lösung wird in einem Kühlschrank bei 4 °C (± 3 °C) aufbewahrt. Die Lösung ist unter diesen Bedingungen mindestens 12 Monate haltbar.

5.2.15.2 PCP-Stammlösung 2 (1 ng/µl)

50 µl der PCP-Stammlösung 1 (5.2.15.1) werden in einem Messkolben (5.2.20) durch Auffüllen auf 100 ml mit deionisiertem Wasser (5.2.7) verdünnt. Die Lösung wird in einem Kühlschrank bei 4 °C (± 3 °C) aufbewahrt. Die Lösung ist unter diesen Bedingungen mindestens 12 Monate haltbar.

5.2.15.3 PCP-Arbeitslösung 1 (0,1 ng/µl)

Zu 100 µl der PCP-Stammlösung 2 (5.2.15.2) werden 900 µl Acetonitril (5.2.2) hinzugegeben. Diese Lösung wird täglich neu hergestellt.

5.2.15.4 PCP-Arbeitslösung 2 (0,01 ng/μl)

Von der PCP-Arbeitslösung 1 (5.2.15.3) werden 50 μl entnommen. Dazu werden 450 μl Acetonitril (5.2.2) hinzugegeben. Diese Lösung wird täglich neu hergestellt.

5.2.16 ¹³C₆-Pentachlorphenol zertifizierter Reinheit (> 99 %, 100 ng/μl) als interner Standard

5.2.16.1 ¹³C₆-PCP-Stammlösung (10 ng/μl)

Es wird 1 ml von ¹³C₆-PCP mit einer Konzentration von 100 ng/μl (5.2.16) entnommen und in einem Messkolben (5.2.20) durch Auffüllen mit Aceton (5.2.4) auf 10 ml verdünnt. Die Lösung wird gut durchmischt. Die Lösung wird in einem Kühlschrank bei 4 °C (± 3 °C) aufbewahrt.

5.2.16.2 ¹³C₆-PCP-Arbeitslösung 1 (1 ng/μl)

Zu 100 μl der ¹³C₆-PCP-Stammlösung (5.2.16.1) werden 900 μl Acetonitril (5.2.2) hinzugegeben. Diese Lösung wird täglich neu hergestellt.

5.2.16.3 ¹³C₆-PCP-Arbeitslösung 2 (0,1 ng/μl)

Zu 50 μl der ¹³C₆-PCP-Arbeitslösung 1 (5.2.16.2) werden 450 μl Acetonitril (5.2.2) hinzugegeben. Diese Lösung wird täglich neu hergestellt.

5.2.17 Kalibrierstandards

Die Kalibriergemische werden nach Tabelle 1 in einem Endvolumen von 1,0 ml Acetonitril hergestellt. Die Kalibriergemische werden in einem Kühlschrank bei 4 °C (± 3 °C) aufbewahrt.

Tabelle 1 — Kalibriergemische

Niveau	Konzentration ng/ml	PCP 0,01 ng/μl (5.2.15.4)	PCP 0,1 ng/μl (5.2.15.3)	PCP 1 ng/μl (5.2.15.2)	Interner Standard 0,1 ng/μl (5.2.16.3)	ACN (5.2.1)
1	0				20 μl	980 μl
2	0,1	10 μl			20 μl	970 μl
3	0,5	50 μl			20 μl	930 μl
4	1,0		10 μl		20 μl	970 μl
5	5,0		50 μl		20 μl	930 μl
6	10		100 μl		20 μl	880 μl
7	40			40 μl	20 μl	940 μl

5.2.18 PP-Zentrifugenröhrchen mit Schraubverschluss (Greiner), 50 ml

5.2.19 Glasröhrchen mit Schraubverschluss, 12 ml

5.2.20 Messkolben, 10 ml

5.2.21 Messkolben, 100 ml

5.2.22 LC-MS-Probenfläschchen, 2 ml

6 Geräte

6.1 Analysenwaage, Fehlergrenze 0,1 mg

6.2 Zentrifuge

6.3 Wasserbad

6.4 Flüssigchromatograph mit Kopplung an ein Triple-Quadrupol-Massenspektrometer

6.4.1 LC-Bedingungen

Der Flüssigchromatograph ist mit einer Symmetry C18-Trennsäule (5 µm, 3,0 mm × 150 mm) oder einer vergleichbaren Säule ausgestattet. Der Durchfluss der mobilen Phase wird konstant bei 500 µl/min gehalten, während die Säule bei einer Temperatur von 40 °C gehalten wird. Das Injektionsvolumen beträgt 20 µl.

Das Gradientenprogramm der mobilen Phasen A und B (5.2.13 bzw. 5.2.14) ist in Tabelle 2 aufgeführt.

Tabelle 2 — Gradientenprogramm der mobilen Phase für die LC-MSMS-Analyse

Zeit min	Mobile Phase A %	Mobile Phase B %	Durchfluss µl/min
0	55	45	500
1	55	45	500
4	8	92	500
9	8	92	500
9,5	55	45	500
16	55	45	500

6.4.2 MS-Bedingungen

Das Massenspektrometer muss für eine Mehrfachreaktionsmessung (en: Multiple Reaction Monitoring, MRM) geeignet sein und sollte nach den Herstellerangaben eingestellt werden. Im MS/MS-Modus kann bei der höchsten Einstellung der Kollisionsenergie keine Fragmentierung von PCP beobachtet werden. Daher darf ein MRM-Übergangskanal mit minimaler Kollisionsenergie eingesetzt werden, wobei für die Auswahl von Vorläufer- und Produkt-Ion dieselben Massen verwendet werden, um das Hintergrundrauschen zu reduzieren.