ČESKÁ TECHNICKÁ NORMA

ICS 65.120 **Prosinec 2018**

Krmiva: Metody vzorkování a analýz – Stanovení stopových prvků, těžkých kovů a dalších prvků v krmivech metodou ICP-MS (multimetoda)

ČSN EN 17053

46 7097

Animal feeding stuffs: Methods of sampling and analysis – Determination of trace elements, heavy metals and other elements in feed by ICP-MS (multi-method)

Aliments des animaux – Méthodes d,échantillonnage et d,analyse – Dosage par ICP-MS (multiméthode) des éléments traces, métaux lourds et autres éléments inorganiques présents dans les aliments

Futtermittel – Probenahme- und Untersuchungsverfahren – Bestimmung von Spurenelementen, Schwermetallen
und anderen Elementen in Futtermitteln mittels ICP-MS (Multimethode)

Tato norma je českou verzí evropské normy EN 17053:2018. Překlad byl zajištěn Českou agenturou pro standardizaci. Má stejný status jako oficiální verze.

This standard is the Czech version of the European Standard EN 17053:2018. It was translated by the Czech Standardization Agency. It has the same status as the official version.

Nahrazení předchozích norem

Touto normou se nahrazuje ČSN EN 17053 (46 7097) ze srpna 2018.

Národní předmluva

Změny proti předchozí normě

Proti předchozí normě dochází ke změně způsobu převzetí EN 17053:2018 do soustavy norem ČSN. Zatímco ČSN EN 17053 ze srpna 2018 převzala EN 17053:2018 schválením k přímému používání jako ČSN oznámením ve Věstníku ÚNMZ, tato norma ji přejímá překladem.

Informace o citovaných dokumentech

EN ISO 3696 zavedena v ČSN EN ISO 3696 (68 4051) Jakost vody pro analytické účely. Specifikace a zkušební metody

EN ISO 6498 zavedena v ČSN EN ISO 6498 (46 7004) Krmiva – Pokyny pro přípravu vzorku

Souvisící ČSN

ČSN EN ISO 6497 (46 7003) Krmiva – Odběr vzorků

ISO 5725-5 (01 0251) Přesnost (pravdivost a preciznost) metod a výsledků měření – Část 5: Alternativní metody pro stanovení preciznosti normalizované metody měření

Vypracování normy

Zpracovatel: Kateřina Šléglová, IČO 76130509

Pracovník České agentury pro standardizaci: Ing. Radmila Foretová

Česká agentura pro standardizaci je státní příspěvková organizace zřízená Úřadem pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví na základě ustanovení § 5 odst. 2 zákona č. 22/1997 Sb., o technických požadavcích na výrobky a o změně a doplnění některých zákonů, ve znění pozdějších předpisů.

EVROPSKÁ NORMA EN 17053
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE
EUROPÄISCHE NORM Leden 2018

ICS
65.120

Krmiva: Metody vzorkování a analýz – Stanovení stopových prvků, těžkých kovů a dalších prvků v krmivech metodou ICP-MS (multimetoda)

Animal feeding stuffs: Methods of sampling and analysis – Determination of trace elements, heavy metals and other elements in feed by ICP-MS (multi-method)

Aliments des animaux – Méthodes d,échantillonnage et d,analyse – Dosage par ICP-MS (multiméthode) des éléments traces, métaux lourds et autres éléments inorganiques présents dans les aliments

Futtermittel – Probenahme- und Untersuchungsverfahren – Bestimmung von Spurenelementen, Schwermetallen und anderen Elementen in Futtermitteln mittels ICP-MS (Multimethode)

Tato evropská norma byla schválena CEN dne 2017-11-27.

Členové CEN jsou povinni splnit vnitřní předpisy CEN/CENELEC, v nichž jsou stanoveny podmínky, za kterých se této evropské normě bez jakýchkoliv modifikací uděluje status národní normy. Aktualizované seznamy a biblio-
grafické citace týkající se těchto národních norem lze obdržet na vyžádání v Řídicím centru CEN-CENELEC nebo u kteréhokoliv člena CEN.

Tato evropská norma existuje ve třech oficiálních verzích (anglické, francouzské, německé). Verze v každém jiném jazyce přeložená členem CEN do jeho vlastního jazyka, za kterou zodpovídá a kterou notifikuje Řídicímu centru CEN-CENELEC, má stejný status jako oficiální verze.

Evropský výbor pro normalizaci
European Committee for Standardization
Comité Européen de Normalisation
Europäisches Komitee für Normung
Řídicí centrum CEN-CENELEC: Rue de la Science 23, B-1040 Brusel
© 2018 CEN Veškerá práva pro využití v jakékoliv formě a jakýmikoliv prostředky
Ref. č. EN 17053:2018 E
jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

Členy CEN jsou národní normalizační orgány Belgie, Bulharska, Bývalé jugoslávské republiky Makedonie, České republiky, Dánska, Estonska, Finska, Francie, Chorvatska, Irska, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Malty, Německa, Nizozemska, Norska, Polska, Portugalska, Rakouska, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Srbska, Španělska, Švédska, Švýcarska a Turecka.

Obsah

Strana

Evropská předmluva..... 5

1..... Předmět normy..... 6

2..... Citované dokumenty..... 6

3..... Princip..... 6

4..... Chemikálie..... 6

5..... Přístroje..... 7

6..... Vzorkování..... 8

7..... Příprava a uchovávání zkušebních vzorků..... 8

7.1.....
Obecně.....
..... 8

7.2..... Krmiva, která mohou být pomleta jako
taková..... 8

7.3..... Minerální
krmiva.....
..... 8

8.....
Postup.....
..... 8

8.1..... Tlakový
rozklad.....
..... 8

8.2..... Extrahovatelné olovo v minerálních surovinách a krmivech obsahujících fylosilikáty (např. kaolinitický jíl) – extrakce zředěnou kyselinou
dusičnou.....
.... 9

8.3.....
Kalibrace.....
..... 9

8.4..... Příprava měřicích
roztoků.....
..... 9

8.5.....
Stanovení.....
..... 10

8.6..... Zajištění
kvality.....
..... 12

9.....
Výpočet.....
..... 12

10.....
Preciznost.....
..... 13

10.1....
Obecně.....
..... 13

10.2....

Opakovatelnost..... 13

10.3....
Reprodukovatelnost..... 13

11..... Protokol
o zkoušce..... 13

Příloha A (informativní) Statistické výsledky mezilaboratorních zkoušek (seřazeno podle prvků)..... 14

Příloha B (informativní)
Interference..... 27

B.1..... Interference v ICP-
MS..... 27

B.2..... Technické roztoky k překonání
interferencí..... 28

Bibliografie..... 29

Evropská předmluva

Tento dokument (EN 17053:2018) vypracovala technická komise CEN/TC 327 *Krmiva – Metody odběru vzorků a analýzy*, jejíž sekretariát zajišťuje NEN.

Této evropské normě je nutno nejpozději do července 2018 udělit status národní normy, a to buď vydáním identického textu, nebo schválením k přímému používání, a národní normy, které jsou s ní v rozporu, je nutno zrušit nejpozději do července 2018.

Upozorňuje se na možnost, že některé prvky tohoto dokumentu mohou být předmětem patentových práv. CEN nelze činit odpovědným za identifikaci jakéhokoliv nebo všech patentových práv.

Tento dokument byl vypracován na základě mandátu uděleného CEN Evropskou komisí a Evropským sdružením volného obchodu.

**UPOZORNĚNÍ – Metoda popsaná v této normě zahrnuje použití chemikálií, které představují zdravotní
riziko. Norma neřeší veškeré související bezpečnostní problémy. Je odpovědností uživatele této normy, aby před jejím použitím zavedl vhodná bezpečnostní a zdravotní opatření k zajištění bezpečnosti a ochrany zdraví personálu a zajistil plnění regulačních a zákonných požadavků.**

Podle vnitřních předpisů CEN-CENELEC jsou tuto evropskou normu povinny zavést národní normalizační organizace následujících zemí: Belgie, Bulharska, Bývalé jugoslávské republiky Makedonie, České republiky, Dánska, Estonska, Finska, Francie, Chorvatska, Irska, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Malty, Německa, Nizozemska, Norska, Polska, Portugalska, Rakouska, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Srbska, Španělska, Švédska, Švýcarska a Turecka.

1 Předmět normy

Tato evropská norma specifikuje metodu stanovení stopových prvků, těžkých kovů a dalších prvků v krmivech metodou hmotnostní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem (ICP-MS). Metoda se používá pro stanovení As, Cd, Co, Cu, Fe, Hg, Mn, Mo, Pb, Se, Tl, U a Zn v extrakčním roztoku po tlakovém rozkladu. Pro stanovení extrahovatelného olova v minerálních surovinách a v krmivech obsahujících fylosilikáty (např. kaolinitický jíl)
by se měla použít metoda mokrého rozkladu pomocí kyseliny dusičné. Popsaná metoda je vhodná pro použití v přístrojích vybavených kvadrupólem buď s doplňkovou technologií, nebo bez doplňkové technologie redukující molekulární iontové interference (např. kolizních nebo reakčních technologií) stejně jako v sektorových systémech s vysokým rozlišením.

Metoda byla plně statisticky zkoušena a vyhodnocena ve společném kruhovém testu zahrnujícím osm vzorků krmiv pro prvky As, Cd, Co, Cu, Fe, Hg, Mn, Mo, Pb, Se, Tl, U a Zn. U prvků s hodnotou HORRAT vyšší než 2 (např. rtuť, viz příloha A) je metoda vhodnější pro použití jako screeningová a nikoliv pro potvrzující účely. Vysoko-rozlišující sektorové ICP nebylo ve validačním kruhovém testu zkoušeno.

Mez stanovitelnosti každého prvku je závislá na matrici vzorku, stejně tak na přístroji. Pro prvky Co, Mn, Mo, Pb, Tl, U je obvykle dosažitelná mez stanovitelnosti 0,10 mg/kg, pro prvky Fe a Zn 5,0 mg/kg, zatímco obvykle měřitelné hodnoty jsou pro Cd 0,03 mg/kg, Hg 0,04 mg/kg a As 0,05 mg/kg.

Podrobnosti o úspěšně zkoušeném pracovním rozsahu pro každý prvek jsou popsány v této normě.

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.