

2020

Semeno řepky a řepkové moučky – Stanovení obsahu glukosinolátů –
Metoda využívající vysokoúčinnou kapalinovou chromatografii

ČSN
EN ISO 9167

46 1038

idt ISO 9167:2019

Rapeseed and rapeseed meals – Determination of glucosinolates content – Method using high-performance liquid chromatography

Graines et tourteaux de colza – Dosage des glucosinolates – Méthode par chromatographie liquide a haute performance

Rapssamen und Rapsschrot – Bestimmung des Glucosinolatgehaltes – Verfahren mittels Hochleistungsflüssigchromatographie

Tato norma je českou verzí evropské normy EN ISO 9167:2019. Překlad byl zajištěn Českou agenturou pro standardizaci. Má stejný status jako oficiální verze.

This standard is the Czech version of the European Standard EN ISO 9167:2019. 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 ISO 9167 (46 1038) z prosince 2019.

Národní předmluva

Změny proti předchozí normě

Proti předchozí normě dochází ke změně způsobu převzetí EN ISO 9167:2019 do soustavy norem ČSN. Zatímco ČSN EN ISO 9167 z prosince 2019 převzala EN ISO 9167:2019 schválením k přímému používání jako ČSN oznámením ve Věstníku ÚNMZ, tato norma ji přejímá překladem.

Informace o citovaných dokumentech

ISO 664 zavedena v ČSN EN ISO 664 (46 1031) Olejnatá semena – Úprava laboratorního vzorku na analytický vzorek

ISO 665 zavedena v ČSN EN ISO 665 (46 1025) Olejnatá semena – Stanovení vlhkosti a obsahu těkavých látek

ISO 771 nezavedena

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

ISO 5502 nezavedena

Souvisící ČSN

ČSN ISO 5725 (soubor) (01 0251) Přesnost (pravdivost a preciznost) metod a výsledků měření

ČSN EN ISO 21294 (46 1030) Olejnatá semena - Manuální nebo automatický diskontinuální odběr vzorků

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
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE
EUROPÄISCHE NORM

EN ISO 9167

Červen 2019

ICS 67.200.20
9167-1:1995

Nahrazuje EN ISO

Semeno řepky a řepkové moučky - Stanovení obsahu glukosinolátů - Metoda využívající vysokoúčinnou kapalinovou chromatografii
(ISO 9167:2019)

Rapeseed and rapeseed meals - Determination of glucosinolates content - Method using high-performance liquid chromatography
(ISO 9167:2019)

Graines et tourteaux de colza - Dosage des glucosinolates - Méthode par chromatographie liquide a haute performance
(ISO 9167:2019)

Rapssamen - Bestimmung des Glucosinolatgehaltes - Verfahren mittels Hochleistungsflüssigchromatographie
(ISO 9167:2019)

Tato evropská norma byla schválena CEN dne 2019-05-04.

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 změna 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 Řídícímu centru CEN-CENELEC, má stejný status jako oficiální verze.

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



Evropský výbor pro normalizaci

European Committee for Standardization

Comité Européen de Normalisation

Europäisches Komitee für Normung

Řídící centrum CEN-CENELEC: Rue de la Science 23, B-1040 Brussels

© 2019 CEN Veškerá práva pro využití v jakékoli formě a jakýmkoli prostředky

Ref. č. EN ISO 9167:2019 E

jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

Evropská předmluva

Tento dokument (EN ISO 9167:2019) vypracovala technická komise ISO/TC 34 *Potravinářské výrobky* ve spolupráci s technickou komisí CEN/TC 307 *Olejnata semena, rostlinné a živočišné tuky a oleje a jejich vedlejší produkty – Metody odběru vzorků a analýzy*, jejíž sekretariát zajišťuje AFNOR.

Této evropské normě je nutno nejpozději do prosince 2019 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 prosince 2019.

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

Tento dokument nahrazuje EN ISO 9167-1:1995.

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

Oznámení o schválení

Text ISO 9167:2019 byl schválen CEN jako EN ISO 9167:2019 bez jakýchkoli modifikací.

Předmluva.....	6
Úvod.....	7
1..... Předmět normy.....	8
2..... Citované dokumenty.....	8
3..... Termíny a definice.....	8
4..... Princip.....	8
5..... Chemikálie.....	8
6..... Přístroje.....	10
7..... Vzorkování.....	12
8..... Příprava zkušebního vzorku.....	12
9..... Postup.....	12
9.1..... Zkušební podíl.....	12
9.2..... Extrakce glukosinolátů.....	12

9.3..... Slepá zkouška.....	13
9.4..... Příprava iontoměničových kolon.....	13
9.5..... Čištění a desulfatace.....	13
9.6..... Chromatografie s gradientovou elucí.....	13
10..... Vyjádření výsledků.....	15
10.1.... Výpočet obsahu každého glukosinolátu.....	15
10.2.... Faktory relativního poměru.....	15
10.3.... Výpočet celkového obsahu glukosinolátů.....	16
11..... Preciznost.....	16
11.1.... Mezilaboratorní zkouška.....	16
11.2.... Opakovatelnost.....	16
11.3.... Reprodukovatelnost.....	16
12..... Protokol o zkoušce.....	16
Příloha A (informativní) Výsledky mezilaboratorní zkoušky – metoda HPLC s gradientovou elucí.....	17
Příloha B (normativní) Kontrola titru připraveného roztoku vnitřního standardu.....	18

Příloha C (normativní) Příprava a zkoušení přečištěného roztoku sulfatázy a kontrola kroku desulfatace na iontoměničových kolonách.....	
. 19	

Příloha D (informativní) Kvalifikační výkonnostní kritéria systému HPLC a kolony.....	23
--	----

Příloha E (informativní) Eluce v izokratickém módu.....	24
--	----

Bibliografie.....	
.....	30

Předmluva

ISO (Mezinárodní organizace pro normalizaci) je celosvětová federace národních normalizačních orgánů (členů ISO). Mezinárodní normy obvykle vypracovávají technické komise ISO. Každý člen ISO, který se zajímá o předmět, pro který byla vytvořena technická komise, má právo být v této technické komisi zastoupen. Práce se zúčastňují také vládní i nevládní mezinárodní organizace, s nimiž ISO navázala pracovní styk. ISO úzce spolupracuje s Mezinárodní elektrotechnickou komisí (IEC) ve všech záležitostech normalizace v elektrotechnice.

Postupy použité při tvorbě tohoto dokumentu a postupy určené pro jeho další udržování jsou popsány ve směrnících ISO/IEC, část 1. Zejména se má věnovat pozornost rozdílným schvalovacím kritériím potřebným pro různé druhy dokumentů ISO. Tento dokument byl vypracován v souladu s redakčními pravidly uvedenými ve směrnících ISO/IEC, část 2 (viz www.iso.org/directives).

Upozorňuje se na možnost, že některé prvky tohoto dokumentu mohou být předmětem patentových práv. ISO nelze činit odpovědnou za identifikaci jakéhokoliv nebo všech patentových práv. Podrobnosti o jakýchkoliv patentových právech identifikovaných během přípravy tohoto dokumentu budou uvedeny v úvodu a/nebo v seznamu patentových prohlášení obdržených ISO (viz www.iso.org/patents).

Jakýkoliv obchodní název použitý v tomto dokumentu se uvádí jako informace pro usnadnění práce uživatelů a neznamena schválení.

Vysvětlení nezávazného charakteru technických norem, významu specifických termínů a výrazů ISO, které se vztahují k posuzování shody, jakož i informace o tom, jak ISO dodržuje principy Světové obchodní organizace (WTO) týkající se technických překážek obchodu (TBT), jsou uvedeny na tomto odkazu: URL: www.iso.org/iso/foreword.html.

Tento dokument vypracovala technická komise ISO/TC 34 *Potravinářské výrobky*, subkomise SC 2 *Olejnata semena a ovoce a pokrmy z olejnatých semen*.

Toto první vydání zrušuje a nahrazuje ISO 9167-1:1992, která byla technicky revidována. Také zahrnuje změnu ISO 9167-1:1992/Amd.1:2013. Hlavní změny ve srovnání s předchozím vydáním jsou následující:

- řepkové moučky byly do rozsahu doplněny s přidáním nové společné zkoušky;
- v 9.2 byl methanol 70 % nahrazen ethanolem 50 % vzhledem k nižší toxicitě^[6];
- v 9.2 se provádí pouze jedna extrakce místo dvou;
- v 10.2 a E.5.1 se použil termín „faktor relativního poměru“ místo „faktoru odezvy“;
- do přílohy E se přidal izokratický mód.

Jakákoli zpětná vazba nebo otázky týkající se tohoto dokumentu mají být adresovány národnímu normalizačnímu orgánu uživatele. Úplný seznam těchto orgánů lze nalézt na adrese www.iso.org/members.html.

Úvod

Glukosinoláty v řepkových semenech mohou být analyzovány chromatografickými, enzymatickými nebo spektroskopickými metodami. Tato norma popisuje chromatografickou metodu se dvěma podmínkami (gradientovou a izokratickou) eluce pro kvalitativní a kvantitativní analýzu jednotlivých glukosinolátů v semenech řepky a řepkových moučkách. Metoda s gradientovou elucí je považována za referenční metodu, zatímco metoda s izokratickou elucí se považuje za zjednodušenou metodu a je uvedena v příloze E pro informaci.

Tento dokument popisuje metodu vysokoúčinné kapalinové chromatografie (HPLC) s gradientovou elucí jako referenční metodu. U izokratického módu se volba vnitřního standardu, chromatografických podmínek a výsledky separace liší od referenční metody. Tyto aspekty jsou diskutovány v příloze E.

1 Předmět normy

Tento dokument specifikuje metodu pro stanovení obsahu jednotlivých glukosinolátů v řepkových semenech a moučkách z řepkových semen pomocí vysokoúčinné kapalinové chromatografie s gradientovou elucí.

Tato metoda byla zkoušena na řepkových semenech a moučkách z řepkových semen (*Brassica rapa*, *Brassica napus* a *Brassica juncea*), ale je použitelná i pro jiné rostlinné materiály za podmínky, že vyskytující se dříve identifikované glukosinoláty jsou popsány v tomto dokumentu. Naopak, kvantitativní analýza dotyčného glukosinolátu (glukosinolátů) se neprovádí.

POZNÁMKA Tato metoda nestanovuje glukosinoláty, které jsou substituovány na molekule glukózy, ale tyto sloučeniny mají malý význam v obchodovatelných řepkových semenech a moučkách z řepkových semen.

Příloha A uvádí výsledky mezilaboratorních zkoušek pro metodu HPLC s gradientovou elucí. Příloha B uvádí, jak zkontrolovat titr připraveného roztoku vnitřního standardu. Příloha C uvádí jak připravit a vyzkoušet čištěný roztok sulfatázy a jak zkontrolovat desulfatační krok na iontoměničové koloně.

Analýza na obsah glukosinolátů v řepkových semenech může být rovněž provedena použitím izokratického elučního módu. To vyžaduje určité změny metody (vnitřního standardu, HPLC kolony a tlumivých roztoků pro HPLC), jak je uvedeno v příloze E.

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.