

2020

Krmiva: Metody vzorkování a analýz –
Stanovení ergotových a tropanových alkaloidů v krmných surovinách
a krmných směsích metodou LC-MS/MS

ČSN
EN 17256

46 7061

Animal feeding stuffs: Methods of sampling and analysis – Determination of ergot alkaloids and tropane alkaloids in feed materials and compound feeds by LC-MS/MS

Aliments des animaux: Méthodes d'échantillonnage et d'analyse – Détermination de la teneur en alcaloïdes de l'ergot et en alcaloïdes tropaniques dans les matières premières et les aliments composés par LC-SM/SM

Futtermittel: Probenahme- und Untersuchungsverfahren – Bestimmung der Alkaloide des Mutterkorns und der Tropanalkaloiden in Einzelfuttermitteln und Mischfuttermitteln mittels LC-MS/MS

Tato norma je českou verzí evropské normy EN 17256:2019. Překlad byl zajištěn Českou agenturou pro standardizaci. Má stejný status jako oficiální verze.

This standard is the Czech version of the European Standard EN 17256:2019. 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 17256 (46 7061) z dubna 2020.

Národní předmluva

Změny proti předchozí normě

Proti předchozí normě dochází ke změně způsobu převzetí EN 17256:2019 do soustavy norem ČSN. Zatímco ČSN EN 17256 z dubna 2020 převzala EN 17256:2019 schválením k přímému používání jako ČSN oznámením ve Věstníku ÚNMZ, tato norma ji přejímá překladem.

Informace o citovaných dokumentech

EN ISO 3696:1995 zavedena v ČSN ISO 3696:1994 (68 4051) Jakost vody pro analytické účely. Specifikace a zkušební metody

Související ČSN

ČSN ISO 5725-5:2018 (01 0251) Přesnost (pravdivost a preciznost) metod a výsledků měření - Část 5: Alternativní metody pro stanovení preciznosti normalizované metody měření

ČSN EN ISO 6498 (46 7004) Krmiva - Pokyny pro přípravu vzorku

Citované předpisy

Nařízení Evropského parlamentu a Rady (ES) č. 273/2004 ze dne 11. února 2004 o prekursorech drog

Nařízení Komise (ES) č. 152/2009 ze dne 27. ledna 2009, kterým se stanoví metody odběru vzorků a laboratorního zkoušení pro úřední kontrolu krmiv

Upozornění na národní poznámky

Do normy byla k článku 5.3.15 doplněna národní poznámka.

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 17256

Říjen 2019

ICS 65.120,
71.040.40

Krmiva: Metody vzorkování a analýz - Stanovení ergotových a tropanových alkaloidů v krmných surovinách a krmných směsích metodou LC-MS/MS

Animal feeding stuffs: Methods of sampling and analysis - Determination of ergot alkaloids and tropane alkaloids in feed materials and compound feeds by LC-MS/MS

Aliments des animaux: Méthodes d'échantillonnage et d'analyse - Détermination de la teneur en alcaloïdes de l'ergot et en alcaloïdes tropaniques dans les matières premières et les aliments composés par CL-SM/SM

Futtermittel: Probenahme- und Untersuchungsverfahren - Bestimmung der Alkaloide des Mutterkorns und der Tropanalkaloiden in Einzelfuttermitteln und Mischfuttermitteln mittels LC-MS/MS

Tato evropská norma byla schválena CEN dne 2019-07-28.

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 bibliografické 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.

Členy CEN jsou národní normalizační orgány 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, Švýcarska a Turecka.



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

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

Ref. č. EN 17256:2019 E

jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

Obsah

Strana

Evropská předmluva.....	
.....	5
Úvod.....	
.....	6
1..... Předmět normy.....	
.....	7
2..... Citované dokumenty.....	
.....	7
3..... Termíny a definice.....	
.....	7
4..... Princip.....	
.....	8

5.....	
Chemikálie.....	
.....	8
6.....	
Přístroje.....	
.....	11
7.....	
Postup.....	
.....	12
8.....	
Analýza.....	
.....	14
9.....	
Výsledky.....	
.....	15
10.....	
Preciznost.....	
.....	15
11.....	Protokol
o zkoušce.....	
.....	17
Příloha A (informativní) Data	
preciznosti.....	
18	
Příloha B (informativní) Příklad podmínek LC-	
MS/MS.....	34
Příloha C (informativní) Příklad LC-MS/MS chromatogramů ergotových alkaloidů a tropanových	
alkaloidů ve vzorku doplňkového krmiva pro	
skot.....	
.....	36
Bibliografie	
.....	38

Evropská předmluva

Tento dokument (EN 17256:2019) vypracovala technická komise CEN/TC 327 *Krmiva - Metody odběru vzorků a analýzy*, jejíž sekretariát zajišťuje NEN.

Této evropské normě je nutno nejpozději do března 2020 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 března 2020.

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.

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, Maltu, Německa, Nizozemska, Norska, Polska, Portugalska, Rakouska, Republiky Severní Makedonie, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Srbska, Španělska, Švédsko, Švýcarsko a Turecko.

Úvod

Ergotové alkaloidy jsou mykotoxiny produkované druhy rodu *Claviceps*. V Evropě je nejrozšířenějším druhem houba *Claviceps purpurea*. Houby mohou napadat rostliny z čeledi *Poaceae* (lipnicovité), na kterých tvoří tmavě zbarvené útvary nazývané sklerocia nebo námel (žito). Ekonomicky významnými obilovinami, které mohou být napadány *C. purpurea*, jsou žito, pšenice, tritikale, ječmen, proso a ovsy. Sklerocia obsahují soubor ergotových alkaloidů, z nichž dvanáct bylo identifikováno jako hlavní součásti: ergokornin, ergokorninin, ergokristin, ergokristinin, ergokryptin, ergokryptinin, ergometrin, ergometrinin, ergosin, ergosinin, ergotamin a ergotaminin. Ergokryptin a ergokryptinin se vyskytují jako směs α - a β -izomerů.

Tropanové alkaloidy jsou rostlinné toxiny produkované několika druhy z čeledi *Solanaceae* (lilkovité). Nejdůležitějšími jsou druhy *Datura* (durman), *Hyoscyamus* (blín) a *Atropa* (rulík, rulík zlomocný). Semena a další části rostlin obsahují významná množství atropinu (hyoscyaminu) a skopolaminu, což jsou nejtoxičtější látky. Druhy *Datura*, *Hyoscyamus* a *Atropa* se mohou na polích vyskytovat jako plevele a mohou být společně sklizeny, což vede ke kontaminaci krmných zrnin a krmných produktů.

Tento dokument nemá za cíl řešit veškeré bezpečnostní problémy, jež jsou spojeny s jeho používáním. Je odpovědností uživatele tohoto dokumentu zavést vhodná opatření pro bezpečnost a ochranu zdraví a zajistit, že je postupováno v souladu příslušnými právními požadavky.

1 Předmět normy

Tento dokument popisuje metodu pro stanovení jednotlivých ergotových alkaloidů a tropanových alkaloidů v nezpracovaných obilninách a obilných krmných směsích pomocí vysokoúčinné kapalinové chromatografie s tandemovou hmotnostní spektrometrií (LC-MS/MS).

Tento dokument byl úspěšně validován v mezilaboratorní zkoušce na následujících matricích: žito, ječmen, pšenice, kompletní krmivo pro skot, prasata a drůbež. Validace na pohance poskytla přijatelné výsledky, ale relativní směrodatná odchylka reprodukovatelnosti byla pro většinu analytů vyšší ve srovnání s ostatními matricemi. To může být způsobeno složením matrice. Validovaný rozsah metody je pro jednotlivé alkaloidy přibližně mezi 10 µg/kg a 250 µg/kg. Stanovení koncentrací nad 250 µg/kg je možné použitím vyšších hodnot přídávků a zředění extraktu vzorků, ale toto nebylo v mezilaboratorní zkoušce validováno.

Tento dokument je s pomocí jednobodového standardního přídávku ke vzorku použitelný pro stanovení:

- ergokornin ve zkoušeném rozsahu 12 µg/kg až 221 µg/kg;
- ergokorninin ve zkoušeném rozsahu 9 µg/kg až 196 µg/kg;
- ergokristin ve zkoušeném rozsahu 14 µg/kg až 312 µg/kg;
- ergokristinin ve zkoušeném rozsahu 12 µg/kg až 258 µg/kg;
- ?-ergokryptin ve zkoušeném rozsahu 10 µg/kg až 184 µg/kg;
- suma ?-ergokryptininu a β-ergokryptininu ve zkoušeném rozsahu 8 µg/kg až 171 µg/kg;
- ergometrin ve zkoušeném rozsahu 12 µg/kg až 174 µg/kg;
- ergometrinin ve zkoušeném rozsahu of 3 µg/kg až 172 µg/kg;
- ergosin ve zkoušeném rozsahu 12 µg/kg až 226 µg/kg;
- ergosinin ve zkoušeném rozsahu 9 µg/kg až 273 µg/kg;
- ergotamin ve zkoušeném rozsahu 11 µg/kg až 443 µg/kg;
- ergotaminin ve zkoušeném rozsahu 10 µg/kg až 273 µg/kg;
- atropin ve zkoušeném rozsahu 16 µg/kg až 252 µg/kg;
- scopolamin ve zkoušeném rozsahu 15 µg/kg až 246 µg/kg.

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.