

2022

Krmiva: Metody vzorkování a analýz – Stanovení nasycených uhlovodíků ČSN
minerálního oleje (MOSH) a aromatických uhlovodíků minerálního oleje EN 17517
(MOAH) pomocí online HPLC-GC-FID analýzy

46 7008

Animal feeding stuffs: Methods of sampling and analysis – Determination of mineral oil saturated hydrocarbons (MOSH) and mineral oil aromatic hydrocarbons (MOAH) with on-line HPLC-GC-FID analysis

Aliments pour animaux: Méthodes d'échantillonnage et d'analyse – Détermination des hydrocarbures saturés d'huile minérale (MOSH) et des hydrocarbures aromatiques d'huile minérale (MOAH) par analyse CLHP CG-FID en ligne

Futtermittel: Probenahme und Untersuchungsverfahren – Bestimmung von mineralölgesättigten Kohlenwasserstoffen (MOSH) und mineralölaromatischen Kohlenwasserstoffen (MOAH) mit Online Analyse durch HPLC GC FID

Tato norma je českou verzí evropské normy EN 17517:2021. Překlad byl zajištěn Českou agenturou pro standardizaci. Má stejný status jako oficiální verze.

This standard is the Czech version of the European Standard EN 17517:2021. It was translated by the Czech Standardization Agency. It has the same status as the official version.

Národní předmluva

Informace o citovaných dokumentech

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

Související ČSN

ČSN EN 16995 (56 0070) Potraviny – Rostlinné oleje a potraviny na bázi rostlinných olejů – Stanovení nasycených uhlovodíků minerálního oleje (MOSH) a aromatických uhlovodíků minerálního oleje (MOAH) pomocí souběžné HPLC-GC-FID analýzy

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

ČSN ISO 5725-2 (01 0251) Přesnost (pravdivost a preciznost) metod a výsledků měření – Část 2: Základní metoda pro stanovení opakovatelnosti a reprodukovatelnosti normalizované metody měření

Souvisící předpisy

Nařízení Evropského parlamentu a Rady (ES) č. 1831/2003 ze dne 22. září 2003 o doplňkových látkách používaných ve výživě zvířat

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

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 17517

Říjen 2021

ICS 65.120

Krmiva: Metody vzorkování a analýz - Stanovení nasycených uhlovodíků minerálního oleje (MOSH) a aromatických uhlovodíků minerálního oleje (MOAH) pomocí online HPLC-GC-FID analýzy

Animal feeding stuffs: Methods of sampling and analysis - Determination of mineral oil saturated hydrocarbons (MOSH) and mineral oil aromatic hydrocarbons (MOAH) with on-line HPLC-GC-FID analysis

Aliments pour animaux: Méthodes d'échantillonnage et d'analyse - Détermination des hydrocarbures saturés d'huile minérale (MOSH) et des hydrocarbures aromatiques d'huile minérale (MOAH) par analyse CLHP CG-FID en ligne

Futtermittel: Probenahme und Untersuchungsverfahren - Bestimmung von mineralölgesättigten Kohlenwasserstoffen (MOSH) und mineralölaromatischen Kohlenwasserstoffen (MOAH) mit Online Analyse durch HPLC GC FID

Tato evropská norma byla schválena CEN dne 2021-08-02.

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, Maly, 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

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

© 2021 CEN Veškerá práva pro využití v jakékoliv formě a jakýmikoliv
prostředky Ref. č. EN 17517:2021 E

jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

Evropská předmluva.....	5
Úvod.....	6
1..... Předmět normy.....	7
2..... Citované dokumenty.....	7
3..... Termíny a definice.....	7
4..... Princip.....	8
5..... Činidla.....	8
6..... Přístroje.....	10
7..... Vzorkování.....	11
8..... Příprava zkušebního vzorku.....	11
9..... Příprava analytického vzorku.....	11
9.1..... Extrakce tuku ze vzorku krmiva.....	11
9.2..... Postup pro tuky a extrakty tuků.....	12

9.3..... Slepý vzorek.....	12
10..... Kapalinová chromatografie a plynová chromatografie.....	12
10.1.... Nastavení kapalinové chromatografie.....	12
10.2.... Pracovní podmínky pro HPLC.....	13
10.3.... Rozhraní HPLC-GC.....	14
10.4.... Nastavení plynové chromatografie.....	14
10.5.... Pracovní podmínky pro GC.....	14
10.6.... Výstup par rozpouštědla.....	15
10.7.... Identifikace píku.....	15
10.8.... Výkonnost systému HPLC-GC.....	15
10.9.... Kvantitativní stanovení uhlovodíků s původem přisuzovaným minerálnímu oleji.....	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) Příklady

chromatogramů..... 18

Příloha B (informativní) Data

preciznosti.....
22

Příloha C (informativní) Stanovení nasycených uhlovodíků minerálního oleje - manuální alternativní metoda

k online HPLC-GC-FID

analýze.....
25

Bibliografie.....

..... 35

Evropská předmluva

Tento dokument (EN 17517:2021) vypracovala technická komise CEN/TC 327 *Krmiva – Metody vzorkování a analýz*, jejíž sekretariát zajišťuje NEN.

Této evropské normě je nutno nejpozději do dubna 2022 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 dubna 2022.

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 normalizačního požadavku uděleného CEN Evropskou komisí a Evropským sdružením volného obchodu.

Jakákoli zpětná vazba a otázky týkající se tohoto dokumentu mají být adresovány národnímu normalizačnímu orgánu uživatele. Úplný seznam těchto orgánů lze nalézt na webových stránkách CEN.

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, Republika Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Srbska, Španělska, Švédsko, Švýcarska a Turecka.

Úvod

UPOZORNĚNÍ - Součástí metody popsané v tomto dokumentu je použití činidel, které představují zdravotní nebezpečí. Tento dokument nemá za cíl řešit veškeré související bezpečnostní problémy. Je odpovědností uživatele tohoto dokumentu přijmout před jeho použitím příslušná opatření pro ochranu zdraví a bezpečnosti personálu tak, aby byly naplněny regulatorní a zákonné požadavky.

1 Předmět normy

Tento dokument specifikuje metodu pro stanovení nasycených a aromatických uhlovodíků (od C10 do C50) v krmivu. Metoda byla mezilaboratorně validována pomocí online HPLC-GC-FID - viz [1], [2] a [3]. Tato metoda není určena pro použití na jiné matrice.

Metoda může být použita pro analýzu nasycených uhlovodíků minerálního oleje (MOSH) a/nebo aromatických uhlovodíků minerálního oleje (MOAH).

Metoda je použitelná pro krmné suroviny, konkrétně pro rostlinné oleje a další na olej bohaté krmné suroviny, krmné směsi a premixy. Není použitelná pro doplňkové látky a deodestiláty.

POZNÁMKA 1 Tato metoda nebyla navržena pro zapouzdřené matrice.

Metoda byla zkoušena v mezilaboratorní studii pomocí analýzy jak přirozeně kontaminovaných, tak obohacených vzorků (premix, sojová moučka, slunečnicová semena, krmivo pro kuřata, krmivo pro prasata, rostlinný olej) v rozpětích od 3 mg/kg do 286 mg/kg pro MOSH a od 1 mg/kg do 16 mg/kg pro MOAH.

Na základě výsledků mezilaboratorní studie se metoda ukázala vhodnou pro hmotnostní koncentrace MOSH a MOAH nad 10 mg/kg. Metoda však v průběhu společné studie nebyla plně validována pro vzorek premixu z důvodu příliš nízkých koncentrací MOSH a MOAH. Metoda také nebyla v průběhu studie plně validována pro vzorek slunečnicových semen z důvodu příliš nízké koncentrace MOAH.

POZNÁMKA 2 Závěry týkající se MOAH jsou založeny na 4 kombinacích analyt/matrice, zatímco protokol IUPAC [4] očekává minimálně 5.

V případě podezření na rušení z přírodních zdrojů je možné fosilní původ frakcí MOSH a MOAH ověřit vyšetřením vzoru pomocí GC-MS.

Pro stanovení MOSH a MOAH v jedlých tucích a olejích je dostupná také jiná norma CEN: EN 16995. Pro více informací viz [5].

Příloha C navrhuje manuální alternativní metodu k online HPLC-GC-FID analýze, která může být použita jako screeningová metoda pro stanovení MOSH.

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.