

2023

Krmiva: Metody vzorkování a analýz – Stanovení intaktních glukosinolátů v krmných surovinách a krmných směsích metodou LC-MS/MS

ČSN
EN 17853

46 7070

Animal feeding stuff: Methods of sampling and analysis – Determination of intact glucosinolates in feed materials and compound feed by LC-MS/MS

Alimentation animale: Méthodes d'échantillonnage et d'analyse – Dosage des glucosinolates intacts dans les matières premières pour l'alimentation animale et les aliments composés par CLHP MS/MS

Futtermittel – Probenahme- und Untersuchungsverfahren – Bestimmung von intakten Glucosinolaten in Futtermittel-Ausgangserzeugnissen und Mischfuttermitteln mittels LC-MS/MS

Tato norma je českou verzí evropské normy EN 17853:2023. Překlad byl zajištěn Českou agenturou pro standardizaci. Má stejný status jako oficiální verze.

This standard is the Czech version of the European Standard EN 17853:2023. 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 3696 zavedena v ČSN ISO 3696 (68 4051) Jakost vody pro analytické účely. Specifikace a zkušební metody

Souvisící ČSN

ČSN EN ISO 9167 (46 1038) Semeno řepky a řepkové moučky – Stanovení obsahu glukosinolátů – Metoda využívající vysokoúčinnou kapalinovou chromatografii

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

ČSN P CEN/TS 17455 (46 7063) Krmiva: Metody vzorkování a analýz – Výkonnostní kritéria pro metody stanovení mykotoxinů při validaci v jedné laboratoři nebo při validaci kruhovými testy

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

Souvisící právní předpisy

Směrnice Evropského parlamentu a Rady 2002/32/ES ze dne 7. května 2002 o nežádoucích látkách v krmivech

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 17853

Duben 2023

ICS 65.120

Krmiva: Metody vzorkování a analýz – Stanovení intaktních glukosinolátů v krmných surovinách a krmných směsích metodou LC-MS/MS

Animal feeding stuff: Methods of sampling and analysis – Determination of intact glucosinolates in feed materials and compound feed by LC-MS/MS

Alimentation animale: Méthodes
d'échantillonnage et d'analyse – Dosage des
glucosinolates intacts dans les matières
premières pour l'alimentation animale et les
aliments composés par CLHP MS/MS

Futtermittel – Probenahme-
und Untersuchungsverfahren – Bestimmung
von intakten Glucosinolaten in Futtermittel-
Ausgangserzeugnissen und Mischfuttermitteln
mittels LC-MS/MS

Tato evropská norma byla schválena CEN dne 2023-03-03.

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.

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, Švýcarsko a Turecko.



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

© 2023 CEN Veškerá práva pro využití v jakékoliv formě a jakýmikoliv
prostředky Ref. č. EN 17853:2023 E

jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

Evropská předmluva.....	6
.....	6
Úvod.....	7
.....	7
1..... Předmět normy.....	8
.....	8
2..... Citované dokumenty.....	8
.....	8
3..... Termíny a definice.....	9
.....	9
4..... Princip.....	9
.....	9
5..... Činidla.....	9
.....	9
5.1..... Analytické standardy.....	9
.....	9
5.3..... Standardní roztoky.....	10
.....	10
5.4..... Činidla.....	12
.....	12
5.5..... Materiál pro kontrolu kvality.....	12
..	12
6..... Přístroje.....	13
.....	13
7..... Postup.....	

.....	13
7.1..... Předúprava vzorku.....	13
7.2..... Zkušební podíl.....	14
7.2.1... Olejnatá semena a výrobky z nich.....	14
7.2.2... Krmná směs.....	14
7.3..... Extrakce.....	14
7.3.1... Olejnatá semena a výrobky z nich.....	14
7.3.2... Krmná směs.....	14
7.3.3... Vzorek pro kontrolu výtěžnosti pro krmnou směs.....	14
7.3.4... Příprava kalibračních standardů v extraktu slepého krmiva.....	14
8..... LC-MS/MS analýza.....	15
8.1..... Obecně.....	15
8.2..... Analytická sekvence.....	16
8.2.1... Olejnatá semena a výrobky z nich.....	16
8.2.2... Krmná směs.....	16

9..... Vyhodnocení výsledků.....	16
9.1..... Identifikace.....	16
9.2..... Kvantifikace.....	17
9.2.1... Obecně.....	17
9.2.2... Linearita kalibrační křivky..... ... 17	17
9.2.3... Výpočet koncentrace glukosinolátů v olejnatých semenech a výrobcích z nich.....	17
9.2.4... Výpočet koncentrace glukosinolátu v krmné směsi.....	17
9.3..... Vyjádření výsledků.....	18
10..... Preciznost.....	18
10.1... Obecně.....	18
10.2.... Opakovatelnost.....	18
10.3.... Reprodukovatelnost.....	18
11..... Protokol o zkoušce.....	19
Příloha A (informativní) Data preciznosti.....	20

Příloha B (informativní) Příklad podmínek LC-MS/MS.....	44
B.1..... Obecně.....	44
B.2..... Chromatografické podmínky.....	44
B.3..... Podmínky MS.....	45
Příloha C (informativní) Příklady chromatogramů.....	47
Příloha D (informativní) Standardy glukosinolátů z komerčních zdrojů.....	49
Bibliografie.....	51

Evropská předmluva

Tento dokument (EN 17853:2023) vypracovala technická komise CEN/TC 327 *Krmiva: Metody odběru vzorků a analýzy*, jejíž sekretariát zajišťuje NEN.

Této evropské normě je nutno nejpozději do října 2023 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 října 2023.

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

Úvod

Glukosinoláty jsou skupinou rostlinných sekundárních metabolitů, které se vyskytují převážně v čeledi Brassicaceae (hořčice a brukve) ([1], [2], [3]). Do této čeledi rostlin patří mnoho běžných druhů zeleniny, jako je brokolice, růžičková kapusta, zelí a květák. Zároveň jsou druhy z rodů brukev (*Brassica*), lnička (*Camelina*), katrán (*Crambe*), ředkev (*Rhaphanus*) a hořčice (*Sinapis*) zemědělskými plodinami používanými k výrobě rostlinných olejů, jako je například řepkový olej. Výlisky se ve formě šrotů používají jako krmivo pro zvířata. Glukosinoláty jsou považovány za nežádoucí látky v krmivech [4]. Glukosinoláty v řepkovém semeni a výrobcích z řepkového semene lze také měřit po enzymatické desulfataci pomocí vysokoúčinné kapalinové chromatografie (HPLC) ve spojení s UV detekcí. Tato metoda je popsána v normě EN ISO 9167 [5].

UPOZORNĚNÍ - Tento protokol adresně neupozorňuje na všechny bezpečnostní problémy spojené s jeho použitím. Je odpovědností uživatele tohoto protokolu, aby stanovil vhodné bezpečnostní a zdravotní opatření a zajistil dodržování regulatorních a zákonných požadavků.

1 Předmět normy

Tento dokument specifikuje metodu stanovení jednotlivých intaktních glukosinolátů v krmných surovinách včetně olejnatých semen a výrobků z nich a v krmných směsích pomocí vysokoúčinné kapalinové chromatografie (HPLC) ve spojení s tandemovou hmotnostní spektrometrií (MS/MS).

Metoda specifikovaná v tomto dokumentu byla úspěšně validována společnou zkouškou v následujících maticích: řepkové semeno, lničkové semeno, semena brukví (*Brassica oleracea*), směs olejnatých semen, řepkové vločky, krmné směsi pro skot, prasata a drůbež.

Metoda je použitelná pro kvantitativní stanovení epiprogoitrinu, glukoalyssinu, glukoarabinu, glukobrassikanapinu, glukobrassicinu, glukokamelininu, glukoerucinu, glukoiberinu, glukonapinu, glukonapoleiferinu, glukonasturtiin, glukorafaninu, glukorafenin, glukotropaeolinu, homoglukokamelininu, 4-hydroxyglukobrassicinu, 4-methoxyglukobrassicinu, neoglukobrassicinu, progoitrinu, sinalbinu a sinigrinu.

Rozsahy koncentrací zkoušených ve společné zkoušce pro každý jednotlivý glukosinolát a pro celkový obsah glukosinolátů jsou shrnuty v tabulce 1.

Tabulka 1 - Přehled rozsahů koncentrací glukosinolátů zkoušených ve společné zkoušce

Glukosinolát	Počet vzorků s přijatelnými výsledky	Zkoušený koncentrační rozsah mmol/kg	
		Min	Max
Epiprogoitrin	7	0,01	0,93
Glukoalyssin	6	0,02	2,10
Glukoarabin	3	0,31	6,15
Glukobrassikanapin	5	0,01	0,38
Glukobrassicin	5	0,02	0,31
Glukokamelinin	3	0,82	16,1
Glukoerucin	3	1,07	15,6
Glukoiberin	3	1,51	18,5
Glukonapin	6	0,23	1,68
Glukonapoleiferin	5	0,01	0,33
Glukonasturtiin	7	0,01	11,0
Glukorafanin	5	0,01	3,11
Glukorafenin	1		15,6
Glukotropaeolin	2	0,03	18,3
Homoglukokamelinin	3	0,17	3,23
4-Hydroxyglukobrassicin	6	0,23	7,33
4-Methoxyglukobrassicin	1		0,16
Neoglukobrassicin	5	0,01	0,13
Progoitrin	6	0,62	14,8
Sinalbin	4	0,01	41,1
Sinigrin	3	0,25	23,7
Celkový obsah	8	1,48	117,3

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.