

# ČESKÁ TECHNICKÁ NORMA

ICS 65.120 **Březen 2014**

**Krmiva - Stanovení dioxinů a PCB podobných dioxinům  
metodou GC/HRMS a indikátorů PCB metodou GC/HRMS**

**ČSN**  
**EN 16215**  
46 7013

Animal feeding stuffs – Determination of dioxins and dioxin-like PCBs by GC/HRMS and of indicator PCBs by GC/HRMS

Aliments des animaux – Dosage des dioxines, des PCB de type dioxine et des PCB indicateurs par GC/HRMS

Futtermittel – Bestimmung von Dioxinen und dioxinähnlichen PCBs mittels GC/HRMS und von Indikator-PCBs mittels GC/HRMS

Tato norma je českou verzí evropské normy EN 16215:2012. Překlad byl zajištěn Úřadem pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví. Má stejný status jako oficiální verze.

This standard is the Czech version of the European Standard EN 16215:2012. It was translated by the Czech Office for Standards, Metrology and Testing. It has the same status as the official version.

Nahrazení předchozích norem

Touto normou se nahrazuje ČSN EN 16215 (46 7013) ze září 2012.

Národní předmluva

Změny proti předchozí normě

Proti předchozí normě dochází ke změně způsobu převzetí EN 16215:2012 do soustavy norem ČSN. Zatímco ČSN EN 16215 ze září 2012 převzala EN 16215:2012 schválením k přímému používání jako ČSN, tato norma ji přejímá překladem.

Informace o citovaných dokumentech

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

Související ČSN

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

ČSN EN 15741 (46 7038) Krmiva – Stanovení OC-pesticidů a PCB pomocí GC/MS

ČSN EN 15742 (46 7039) Krmiva – Stanovení OC-pesticidů a PCB pomocí GC/ECD

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

Citované 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, IČ 76130509

Pracovník Úřadu pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví: Ing. Kristýna Žiaková

**EVROPSKÁ NORMA EN 16215**  
**EUROPEAN STANDARD**  
**NORME EUROPÉENNE**  
**EUROPÄISCHE NORM** Duben 2012

ICS 65.120

**Krmiva – Stanovení dioxinů a PCB podobných dioxinům metodou GC/HRMS a indikátorů PCB metodou GC/HRMS**

Animal feeding stuffs – Determination of dioxins and dioxin-like PCBs by GC/HRMS and of indicator PCBs by GC/HRMS

Aliments des animaux – Dosage des dioxines, des PCB de type dioxine et des PCB indicateurs par GC/HRMS

Futtermittel – Bestimmung von Dioxinen und dioxinähnlichen PCBs mittels GC/HRMS und von Indikator-PCBs mittels GC/HRMS

Tato evropská norma byla schválena CEN dne 2012-03-09.

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

**CEN**

**Evropský výbor pro normalizaci**  
**European Committee for Standardization**

**Comité Européen de Normalisation**  
**Europäisches Komitee für Normung**  
**Řídící centrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brusel**

© 2012 CEN Veškerá práva pro využití v jakékoli formě a jakýmikoli prostředky Ref. č.  
EN 16215:2012 E  
jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

Obsah

Strana

Předmluva 5

**1** Předmět normy 6

**2** Citované dokumenty 8

**3** Termíny a definice 8

**4** Postup 8

**5** Chemikálie 9

**6** Přístroje 9

**7** Vzorkování 9

**8** Příprava zkušební vzorku 9

**9** Postup 10

**10** Extrakce 10

**11** Čištění 13

**12** Modul D: Plynový chromatograf-hmotnostní spektrometr s vysokým rozlišením (GC-HRMS) 24

**13** Výpočet a vyjádření výsledků 26

**14** Preciznost 30

**15** Protokol o zkoušce 31

**Příloha A** (informativní) Popis PTV nástřikového systému 32

**Příloha B** (informativní) Popis standardů a koncentrací standardních roztoků 34

**Příloha C** (informativní) Příklad automatického postupu 40

**Příloha D** (informativní) Hmotnostní spektrometr (MS) 42

**Příloha E** (informativní) Použití dodatečného čištění po frakcionaci pomocí malé vícevrstvé kolonky se silikagelem 46

## Předmluva

Tento dokument (EN 16215:2012) vypracovala technická komise CEN/TC 327 *Krmiva – Metody odběru vzorků a analýzy*, jejíž sekretariát zajišťuje NEN.

Této evropské normě je nutno nejpozději do října 2012 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 2012.

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

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, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Španělska, Švédsko a Švýcarsko a Turecko.

### 1 Předmět normy

Tato evropská norma je použitelná pro stanovení polychlorovaných dibenzo-*p*-dioxinů (PCDD), polychlorovaných dibenzofuranů (PCDF), (společně nazývaných 'dioxiny' (PCDD/F)) a PCB s dioxinovým efektem a nedioxinových PCB (dl-PCB a ndl-PCB) v krmivech. Byly provedeny společné studie. Metoda je vhodná pro stanovení dioxinů, dl-PCB a ndl-PCB při náležitých MRL v krmných směsích a surovinách, např. olej, minerální jíla. Metoda je použitelná pro vzorky obsahující rezidua jednoho nebo více následujících dioxinů, PCB s dioxinovým efektem a indikátorů dioxinů. Mezi stanovitelnosti (LOQ) pro příslušné jednotlivé kongenery dioxinů/furanů je 0,05 pg/g (OCDD/F = 0,1 pg/g), non-ortho PCB 0,05 pg/g, mono-ortho PCB 10 pg/g a indikátorů PCB 100 pg/g.

Pro stanovení dioxinů a PCB s dioxinovým efektem se může použít jako podpůrná metoda postup, který je uveden v Nařízení Komise (ES) č. 152/2009 pro dioxiny a dl-PCB v krmivu [6]. Podpůrné metody jsou metody plynové chromatografie s vysokým rozlišením/hmotnostní spektrometrie s vysokým rozlišením (HRGC/HRMS). Pokud je požadována pouze analýza indikátorů PCB, může se použít metoda GC-LRMS (např. EN 15741 *Krmiva – Stanovení OC-pesticidů a PCB metodou GC/MS* [1] a EN 15742 *Krmiva – Stanovení OC-pesticidů a PCB metodou GC/ECD* [2]) za předpokladu, že jsou pro cílovou matici splněna příslušná analytická výkonnostní kritéria v odpovídajícím rozsahu.

Tato evropská norma je rozdělena do čtyř modulů, z nichž každý popisuje část celého postupu (viz obrázek 1 a obrázek 2), který je třeba dodržet:

- a) Modul A: Popis standardů, které smí být použity;
- b) Modul B: Popis postupů extrakce;
- c) Modul C Popis postupů čištění;

d) Modul D stanovení GC/HRMS.

Každý z modulů popisuje část celé metody, stejně jako v případě použití alternativy, které by měly být rovnocenné. Každý modul má být považován za příklad. Kombinace modulů a/nebo alternativ, poskytuje vysoce flexibilní postup, který je „založen na provedení“. Je povoleno změnit metodu, pokud jsou splněna všechna výkonnostní kritéria uvedená v Nařízení Komise (ES) č. 152/2009 [6].

Jakákoli odchylka od popisované metody kombinace modulů musí být zaznamenána jako část postupů QA/QC akreditovaných laboratoří a měla by být na vyžádání k dispozici.



**Obrázek 1 - Vývojový diagram pro stanovení dioxinů, dl-PCB a indikátorů PCB v krmivu**



**Obrázek 2 - Vývojový diagram pro stanovení dioxinů, dl-PCB a indikátorů PCB v oleji/tuku**

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.