

# ČESKÁ TECHNICKÁ NORMA

ICS 65.120 **Březen 2014**

Krmiva - Stanovení decoquinátu metodou HPLC s fluorescenční detekcí

**ČSN**  
**EN 16162**  
46 7015

Animal feeding stuffs - Determination of decoquinat by HPLC with fluorescence detection

Aliments des animaux - Détermination du décoquinat par Chromatographie Liquide Haute Performance avec détection fluorimétrique

Futtermittel - Bestimmung von Decoquinat mit Hochleistungs-Flüssigchromatographie (HPLC) und Fluoreszenz detektion

Tato norma je českou verzí evropské normy EN 16162:2012. 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 16162:2012. 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 16162 (46 7015) ze srpna 2012.

Národní předmluva

Změny proti předchozí normě

Proti předchozí normě dochází ke změně způsobu převzetí EN 16162:2012 do soustavy norem ČSN. Zatímco ČSN EN 16162 ze srpna 2012 převzala EN 16162:2012 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 6497 (46 7003) Krmiva - Odběr vzorků

ČSN ISO 5725 (soubor) Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření

Vypracování normy

Zpracovatel: Kateřina Šléglová, IČ 76130509

Pracovník Úřadu pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví: Ing. Marie Chalupová

**EVROPSKÁ NORMA EN 16162**  
**EUROPEAN STANDARD**  
**NORME EUROPÉENNE**  
**EUROPÄISCHE NORM** Březen 2012

ICS 65.120

**Krmiva - Stanovení decoquinátu metodou HPLC s fluorescenční detekcí**

Animal feeding stuffs - Determination of decoquinat by HPLC with fluorescence detection

Aliments des animaux - Détermination  
du decoquinat par Chromatographie Liquide Haute Performance  
avec détection fluorimétrique

Futtermittel - Bestimmung von Decoquinat  
mit Hochleistungs-Flüssigchromatographie (HPLC)  
und Fluoreszenzdetektion

Tato evropská norma byla schválena CEN dne 2012-02-04.

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 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, Švédsko, Švýcarska a Turecka.

**CEN**

**Evropský výbor pro normalizaci**  
**European Committee for Standardization**  
**Comité Européen de Normalisation**  
**Europäisches Komitee für Normung**

**Řídicí centrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brusel**

© 2012 CEN Veškerá práva pro využití v jakékoli formě a jakýmkoli prostředky Ref. č.  
EN 16162:2012 E  
jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

Obsah

Strana

Předmluva 5

Úvod 6

- 1** Předmět normy 7
- 2** Citované dokumenty 7
- 3** Princip 7
- 4** Chemikálie 7
- 5** Přístroje 8
- 6** Vzorkování 9
- 7** Příprava vzorku 9
- 8** Postup 9
  - 8.1** Obecně 9
  - 8.2** Extrakce z krmných směsí (obsah decoquinátu mezi 10 mg/kg až 500 mg/kg) 9
  - 8.3** Extrakce doplňkových krmiv, premixů a doplňkových látek (obsah decoquinátu vyšší než 500 mg/kg) 9
  - 8.4** Extrakce stopových množství v krmivech (obsah decoquinátu nižší než 10 mg) 9
  - 8.5** Kontrola kvality krmiv s přidavkem standardu 10
    - 8.5.1** Slepý vzorek krmiva s přidavkem standardu 30 mg/kg 10
    - 8.5.2** Slepý vzorek krmiva s přidavkem standardu 9 mg/kg 10
  - 8.6** Parametry HPLC 10
  - 8.7** Nástřiky standardů a kalibrační křivka 10
  - 8.8** Extrakty vzorku 10
  - 8.9** Postup konfirmace 10
- 9** Výpočty 11
- 10** Preciznost 11
  - 10.1** Mez detekce a mez stanovitelnosti 11
  - 10.2** Mezilaboratorní zkouška 11
  - 10.3** Opakovatelnost 11
  - 10.4** Reprodukovatelnost 11
- 11** Protokol o zkoušce 12
- Příloha A** (informativní) Výsledky mezilaboratorních zkoušek 13

## **Příloha B** (informativní) Doplnující výsledky k výtěžnosti 16

### **B.1** Výtěžnosti ze seznamovací etapy 16

### **B.2** Předzkušební období; zkouška výtěžnosti na mléčné náhražce 16

### **B.3** Výtěžnosti v rámci validace jedné laboratoře 17

## **Příloha C** (informativní) Doplnující výsledky za účelem robustnosti 18

### **C.1** Robustnost pokud jde o excitační vlnovou délku během konečné etapy společné studie 18

### **C.2** Srovnání mezi pomletými a nepomletými vzorky během konečné etapy společné studie 18

### **C.3** Robustnost z jedné laboratoře během konečné etapy společné studie 19

## **Příloha D** (informativní) Parametry HPLC a příklady chromatogramů 21

### **D.1** Obecně 21

### **D.2** Příklad chromatogramu: Kalibrační bod při 0,6 mg/ml 21

### **D.3** Příklad chromatogramu: Komerční krmivo pro jehňata obsahující okolo 50 mg/kg decoquinátu 21

### **D.4** Příklad chromatogramu: Stejné komerční krmivo pro jehňata jako v D.3, obsahující okolo 50 mg/kg decoquinátu 22

## Bibliografie 23

### Předmluva

Tento dokument (EN 16162:2012) vypracovala technická komise CEN/TC 327 *Krmiva – Metody odběru vzorků a analýzy*, jejíž sekretariát zajišťuje NEN.

Této evropské normě je nutno nejpozději do září 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 září 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.

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, 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 specifikuje metodu pro stanovení decoquinátu. Tato metoda vysokoúčinné kapalinové chromatografie (HPLC) s fluorescenční detekcí je použitelná pro kvantifikaci obsahu

decoquinátu v kompletních a doplňkových krmivech, medikovaných krmivech, polotekutých krmivech, premixech a doplňkových látkách.

Metoda byla zcela validována od LOQ do 60 000 mg/kg na různých matricích ve společné mezinárodní studii [11], zejména na kompletních směsích pro drůbež pro kontaminační stopovou hladinu 3 mg/kg a evropskou povolenou hladinu 20 mg/kg až 40 mg/kg [12].

Mez detekce je mezi 0,1 mg/kg a 0,3 mg/kg a mez stanovitelnosti je okolo 0,5 mg/kg. Tyto meze byly validovány během společné studie [11], z výsledků na slepých vzorcích krmiv. Mohou být dosaženy nižší meze detekce anebo stanovitelnosti, ale potom se vyžaduje validace jednotlivou laboratoří.

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.