

Alimentos para animales

Métodos de muestreo y análisis

Determinación de dioxinas, PCB similares a dioxinas y
PCB indicadores por GC/HRMS

Esta norma ha sido elaborada por el comité técnico
CTN 34 *Productos alimentarios*, cuya secretaría
desempeña FIAB.

EXTRACTO DEL DOCUMENTO UNE-EN 16215

UNE-EN 16215

Alimentos para animales
Métodos de muestreo y análisis
Determinación de dioxinas, PCB similares a dioxinas y PCB indicadores por
GC/HRMS

Animal feeding stuffs: Methods of sampling and analysis. Determination of dioxins and dioxin-like PCBs by GC/HRMS and of indicator PCBs by GC/HRMS.

Aliments des animaux: Méthodes d'échantillonnage et d'analyse. Dosage des dioxines, des PCB de type dioxine et des PCB indicateurs par GC/HRMS.

Esta norma es la versión oficial, en español, de la Norma Europea EN 16215:2020.

Esta norma anula y sustituye a la Norma UNE-EN 16215:2012.

EXTRACTO DEL DOCUMENTO UNE-EN 16215

Las observaciones a este documento han de dirigirse a:

Asociación Española de Normalización

Génova, 6
28004 MADRID-España
Tel.: 915 294 900
info@une.org
www.une.org

© UNE 2020

Prohibida la reproducción sin el consentimiento de UNE.

Todos los derechos de propiedad intelectual de la presente norma son titularidad de UNE.

Índice

Prólogo europeo	6
0 Introducción	7
1 Objeto y campo de aplicación	7
2 Normas para consulta	9
3 Términos y definiciones.....	9
4 Principio.....	10
5 Reactivos.....	10
5.1 Generalidades	10
5.2 Dioxinas, furanos, PCB no-orto, PCB mono-orto, y PCB no similares a las dioxinas y sus análogos marcados.....	11
6 Aparatos.....	11
7 Toma de muestras.....	11
8 Preparación de la muestra para análisis	11
9 Procedimiento.....	12
9.1 Generalidades	12
9.2 Muestra de alimento para animales o muestra de aceite/grasa	12
10 Extracción.....	13
10.1 Generalidades	13
10.2 Módulo BI: Extracción mediante un sistema automatizado de extracción de fluidos a presión, PFE (<i>Pressurized Fluid Extraction</i>)	13
10.3 Módulo BII: Procedimiento de extracción manual	15
11 Limpieza.....	16
11.1 Generalidades	16
11.2 Módulo CI: Limpieza automatizada	18
11.3 Módulo CII: Limpieza manual de muestras, eliminación de grasa y separación por grupos.....	21
11.4 Pasos para una limpieza adicional para la fracción A y la fracción B del módulo CII	25
11.5 Módulo CIII: Eliminación de la matriz, limpieza manual de las muestras y separación por grupos	28
12 Módulo D: Cromatografía de gases-espectrometría de masas de alta resolución (GC-HRMS)	33
12.1 Generalidades	33
12.2 Reactivos y materiales.....	33
12.3 Procedimiento.....	34
13 Cálculo y expresión de los resultados	36
13.1 Generalidades	36
13.2 Calibración mediante dilución de isótopos.....	36
13.3 Linealidad.....	36
13.4 Criterios de calibración	36
13.5 Identificación y confirmación.....	36
13.6 Cálculos	37

13.7	Valores de equivalencia tóxica, TEQ (<i>Toxic Equivalent</i>).....	39
13.8	Recuperación.....	41
14	Precisión	41
15	Informe del análisis.....	43
Anexo A (Informativo) Descripción del sistema de inyección mediante un inyector de vaporización de temperatura programable (PTV).....		
		44
A.1	Inyección de gran volumen (100 µl) – Mezclas de calibración para GC-HRMS de dioxinas y PCB no-orto.....	44
A.2	Procedimiento de preparación de la muestra:	45
A.3	Condiciones para la inyección mediante inyector de temperatura programable utilizando una inyección de 100 µl.....	45
Anexo B (Informativo) Descripción de los patrones y concentración de las soluciones patrón.....		
		46
B.1	Números asignados en el Registro CAS para dioxinas, furanos, PCB no-orto, PCB mono-orto, PCB no similares a dioxinas y los marcados como sus análogos	46
B.2	Soluciones patrón	47
B.3	Soluciones patrón para cromatografía de gases.....	52
Anexo C (Informativo)	Ejemplo de procedimiento automatizado.....	54
Anexo D (Informativo)	Espectrómetro de masas (MS).....	57
Anexo E (Informativo) Uso de una limpieza adicional tras el fraccionamiento mediante una columna de sílice multicapa pequeña		
		61
E.1	Preparación de las mezclas de sílice	61
E.2	Preparación de la pequeña columna multicapa	61
Bibliografía.....		62

1 Objeto y campo de aplicación

Este documento se aplica a la determinación de dibenzo-*p*-dioxinas policloradas (PCDD), dibenzofuranos policlorados (PCDF), (denominados conjuntamente "dioxinas" (PCDD/F)) y de PCB similares a las dioxinas y PCB no similares a las dioxinas (dl-PCB y ndl-PCB) en alimentos para animales. Se han realizado estudios colaborativos. Este método es adecuado para la determinación de dioxinas, PCB similares a las dioxinas y PCB no similares a las dioxinas al nivel mínimo de riesgo, MRL (*minimum risk level*) adecuado en alimentos compuestos y en ingredientes, por ejemplo, aceite, minerales de arcilla. El método se aplica a muestras que contienen a nivel de trazas una o más dioxinas, PCB similares a las dioxinas y PCB no similares a las dioxinas. El límite de cuantificación, (LOQ) es:

- 0,05 pg/g (OCDD/F = 0,1 pg/g) para los congéneres individuales de dioxinas/furanos relevantes;
- 0,05 pg/g para PCB no-orto;
- 10 pg/g para PCB mono-orto; y
- 100 pg/g para PCB no similares a las dioxinas.

En el caso de la determinación de dioxinas y de PCB similares a las dioxinas, el procedimiento se puede utilizar como método de confirmación según define el Reglamento (CE) n° 152/2009 de la Comisión para las dioxinas y PCB similares a las dioxinas en alimentos [1]. Los métodos de confirmación según se describen en esta norma son la cromatografía de gases de alta resolución/espectrometría de masas de alta resolución (HRGC/HRMS). Si únicamente es necesario el análisis de PCB no similares a las dioxinas, puede utilizarse un método GC-LRMS (por ejemplo, según la Norma EN 15741 [2]), siempre y cuando se cumplan los criterios de funcionamiento analítico adecuados en el intervalo relevante de la matriz relevante.

Este documento se divide en cuatro módulos, cada uno de los cuales describe una parte del procedimiento completo (véanse las figuras 1 y 2) que se ha de seguir:

- a) Módulo A: Descripción de los patrones que se podrían utilizar.
- b) Módulo B: Descripción de los procedimientos de extracción.
- c) Módulo C: Descripción de los procedimientos de limpieza.
- d) Módulo D: Determinación mediante GC/HRMS.

Cada módulo describe una parte del método completo e incluye, cuando corresponda, alternativas que deberían ser equivalentes. Cada módulo debe considerarse un ejemplo. La combinación de módulos y/o alternativas proporciona un procedimiento muy flexible basado en el funcionamiento. Se permite modificar el método si se cumplen todos los criterios de funcionamiento establecidos en el Reglamento (CE) n° 152/2009 de la Comisión [1].

Cualquier desviación del método descrito o combinación de módulos se tiene que registrar como parte de los procedimientos de garantía y control de calidad de laboratorios acreditados y debería estar disponible si se solicita.

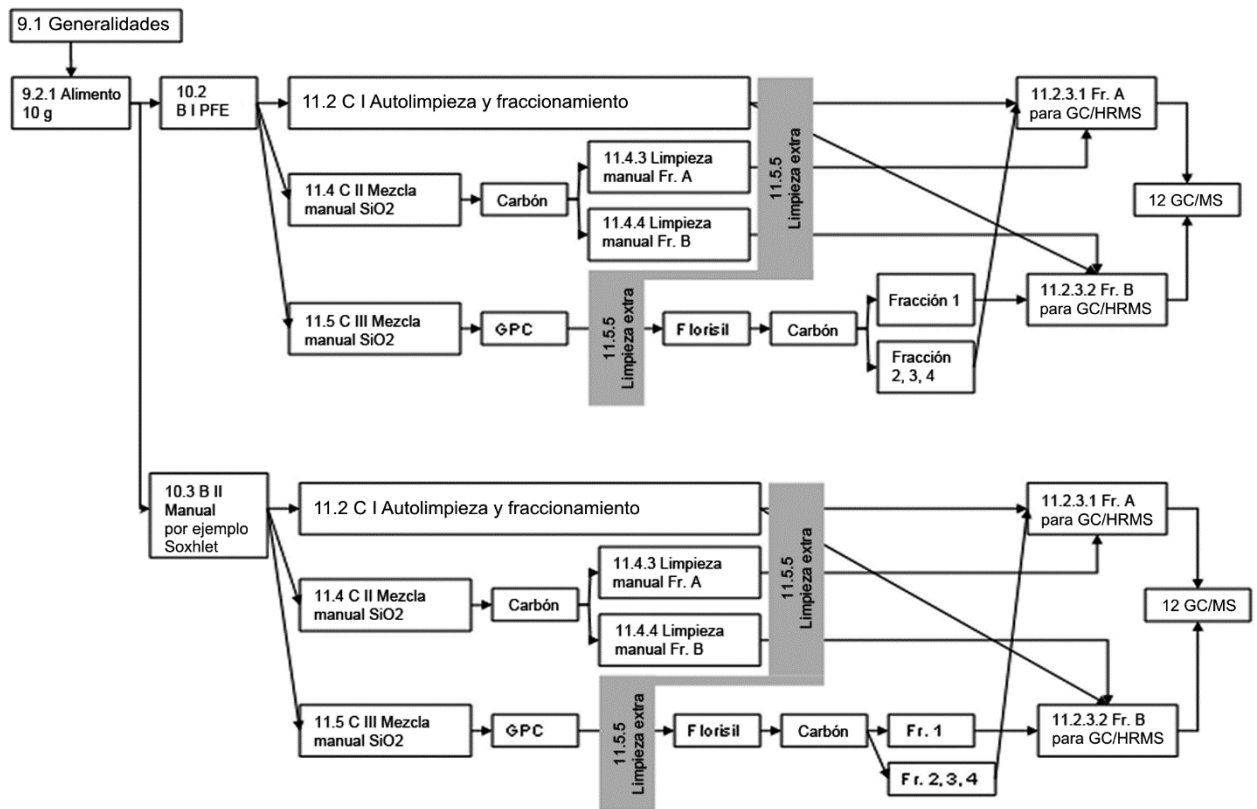


Figura 1 - Diagrama de flujo para la determinación de dioxinas, PCB similares a las dioxinas y PCB no similares a las dioxinas en alimentos

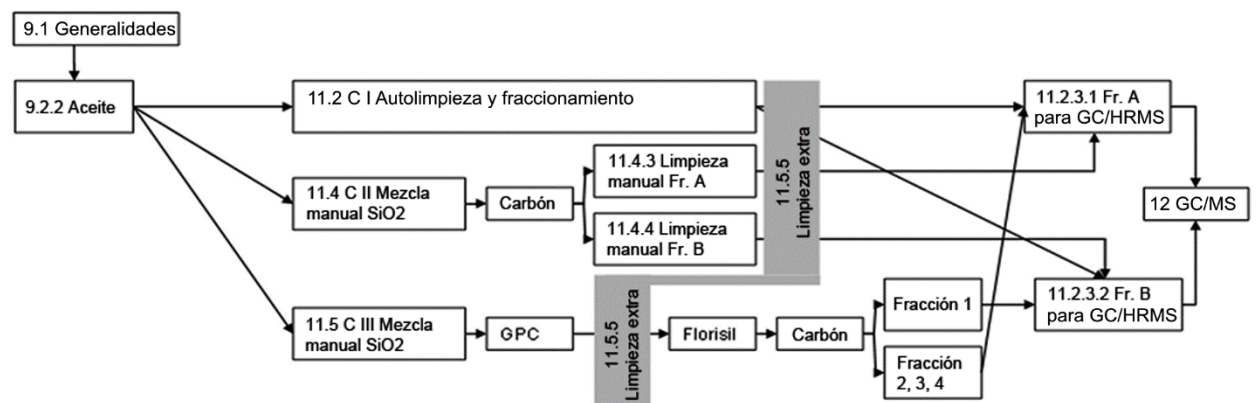


Figura 2 - Diagrama de flujo para la determinación de dioxinas, PCB similares a las dioxinas y PCB no similares a las dioxinas en aceite y grasa

2 Normas para consulta

En el texto se hace referencia a los siguientes documentos de manera que parte o la totalidad de su contenido constituyen requisitos de este documento. Para las referencias con fecha, solo se aplica la edición citada. Para las referencias sin fecha se aplica la última edición (incluida cualquier modificación de esta).

EN ISO 6498, *Alimentos para animales. Directrices para la preparación de muestras.*