

Alimentos para animales

Métodos de muestreo y análisis

Determinación de plaguicidas organoclorados (POC) y policlorobifenilos (PCB) mediante GC/MS

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

EXTRACTO DEL DOCUMENTO UNE-EN 15741

UNE-EN 15741

Alimentos para animales
Métodos de muestreo y análisis
Determinación de plaguicidas organoclorados (POC) y policlorobifenilos (PCB)
mediante GC/MS

Animal feeding stuffs: Methods of sampling and analysis. Determination of OCPs and PCBs by GC-MS.

Aliments des animaux. Méthodes d'échantillonnage et d'analyse. Détermination des pesticides organochlorés (POC) et des polychlorobiphényles (PCB) par GC/MS.

Esta norma es la versión oficial, en español, de la Norma Europea EN 15741:2020.

Esta norma anula y sustituye a la Norma UNE-EN 15741:2009.

EXTRACTO DEL DOCUMENTO UNE-EN 15741

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 Materiales y reactivos	11
6 Aparatos.....	17
7 Toma de muestras.....	22
8 Preparación de la muestra de ensayo.....	23
9 Procedimiento.....	23
9.1 Generalidades.....	23
9.2 Porciones de ensayo de las muestras de aceite y de productos alimenticios para animales.....	23
9.3 Extracción de la porción de ensayo de los productos alimenticios para animales.....	24
9.4 Lavado	24
9.5 Cromatografía de gases.....	25
10 Cálculo y expresión de los resultados.....	26
10.1 Generalidades.....	26
10.2 Criterios de calibración	26
10.3 Identificación y confirmación	27
10.4 Cálculos	27
10.5 Tasa de recuperación	29
11 Precisión	30
11.1 Ensayo interlaboratorios	30
11.2 Repetibilidad y precisión dentro de los laboratorios participantes.....	30
11.3 Reproducibilidad y precisión entre los laboratorios participantes.....	30
12 Informe de ensayo.....	30
13 Consideraciones importantes sobre este método	31
13.1 Técnicas de extracción alternativas.....	31
13.2 Cantidades diferentes de sílice.....	31
13.3 Etapas de lavado diferentes.....	31
13.4 Patrones internos diferentes	31
13.5 Parámetros óptimos de GC-MS (MS)	31
Anexo A (Informativo) Descripción del sistema de inyección PTV (cuando se disponga de él).....	32
Anexo B (Informativo) Estudio colaborativo	33
Bibliografía.....	63

1 Objeto y campo de aplicación

Este documento describe un método de cromatografía de gases y espectrometría de masas (GC-MS) para la determinación de plaguicidas organoclorados (POC) y policlorobifenilos (PCB; *polychlorinated biphenyls*) en los piensos compuestos y en los materiales alimentarios destinados a la alimentación animal (grasas y aceites, harinas de pescado).

El método resulta aplicable para piensos compuestos que presenten un contenido de agua inferior al 20% en masa y para muestras de aceites o grasas que contengan residuos de uno o más de los siguientes POC y PCB y alguno de sus isómeros y productos de degradación:

- aldrín;
- dieldrín;
- clordano, considerado como la suma de los isómeros de clordano y de oxiclordano;
- diclorodifeniltricloroetano (DDT), considerado como la suma de los isómeros o,p'-DDT, p,p'-DDT, p,p'-TDE (p,p'-DDD), y p,p'-DDE;
- endosulfano, considerado como la suma de los isómeros α -/ β - y de sulfato de endosulfano;
- endrín, considerado como la suma de endrín y delta-cetona de endrín;
- heptacloro, considerado como la suma de heptacloro y de epóxido de heptacloro;
- hexaclorobenceno (HCB);
- isómeros de hexaclorociclohexano α -HCH (α -BHC), β -HCH (β -BHC), γ -HCH (γ -BHC o lindano);
- fotoheptacloro;
- *cis*- y *trans*- nonacloro;
- PCB no similares a las dioxinas (ndl-PCB), considerados como la suma de PCB 28, 52, 101, 138, 153 y 180.

El método se ha validado de manera completa mediante un estudio colaborativo con las sustancias y sus rangos correspondientes ($\mu\text{g}/\text{kg}$) indicados en la tabla 1.

Tabla 1 – Compuesto del residuo y rango ($\mu\text{g}/\text{kg}$) del estudio en calibración

Compuesto	Rango ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
todos los ndl-PCB	0,7 a 39
aldrín	10 a 34
dieldrín	12 a 97
endrín	13 a 88
<i>cis</i> -clordano ^a	16 a 24 ^a
<i>trans</i> -clordano	7 a 25
<i>p,p'</i> -DDT ^b	19 a 200 ^b
<i>o,p'</i> -DDT	8 a 87
<i>pp'</i> -TDE ^c	9 a 103 ^c
<i>pp'</i> -DDE	21 a 264
α -endosulfano	15 a 165
β -endosulfano	26 a 331
sulfato de endosulfano ^d	29 a 61 ^d
heptacloro	15 a 365
epóxido de heptacloro	15 a 382
HCB ^e	8 a 170 ^e
α -HCH	21 a 247
β -HCH	6 a 84
γ -HCH ^f	17 a 186 ^f
NOTA Se toma en consideración la siguiente información: a El <i>cis</i> -clordano no se ha validado de manera completa para productos alimenticios para pollos, productos alimenticios para ganado porcino y aceite de pescado. b El <i>p,p'</i> -DDT no se ha validado de manera completa para productos alimenticios para ganado porcino y aceites vegetales. c El <i>p,p'</i> -TDE no se ha validado de manera completa para productos alimenticios para ganado porcino y harina de pescado. d El sulfato de endosulfano no se ha validado de manera completa para productos alimenticios para ganado porcino y aceites vegetales. e El HCB no se ha validado de manera completa para aceite de pescado. f El γ -HCH no se ha validado de manera completa para aceite de pescado.	

El método no se ha validado de manera completa para oxiclordano, cetona de endrín, *cis*- y *trans*-nonacloro y fotoheptacloro en todas las matrices.

En las combinaciones de matriz y analito en las que los datos de validación se han considerado insuficientes, los resultados obtenidos con este método solo se pueden considerar como resultados de cribado, a no ser que el laboratorio realice una validación interna que demuestre que se pueden obtener unos resultados satisfactorios.

El método no resulta aplicable para clorocanfeno (toxafeno), una mezcla compleja de canfenos policlorados. El clorocanfeno presenta un perfil cromatográfico muy distintivo y resulta fácilmente reconocible mediante GC/ECD. La identificación positiva de los isómeros de toxafeno puede realizarse mediante espectrometría de masas con ionización química negativa (NCI-MS), mediante espectrometría de masas de impacto electrónico en tándem (EI MS x MS), o mediante espectrometría de masas de impacto electrónico de alta resolución (EI-HRMS), las cuales no quedan recogidas dentro del campo de aplicación de este método.

Normalmente debería obtenerse un límite de cuantificación (LQ) para los plaguicidas organoclorados mencionados comprendido entre 6 µg/kg y 29 µg/kg (véase la tabla 1). Para los ndl-PCB debería obtenerse un LQ comprendido entre 0,5 µg/kg y 1,0 µg/kg. Los LQ mencionados se refieren a los compuestos individuales (es decir, no a la suma de dos o más compuestos). Los laboratorios individuales son los responsables de asegurar que el equipamiento que van a utilizar será capaz de alcanzar dichos LQ. En función de la demanda de los clientes, esta norma puede aplicarse únicamente para el análisis de PCB o de POC.

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 (ISO 6498)*.