

DIN EN 15510

ICS 65.120

Futtermittel –**Bestimmung von Calcium, Natrium, Phosphor, Magnesium, Kalium, Eisen, Zink, Kupfer, Mangan, Cobalt, Molybdän, Arsen, Blei und Cadmium mittels ICP-AES;****Deutsche Fassung EN 15510:2007**

Animal feeding stuffs –

Determination of calcium, sodium, phosphorus, magnesium, potassium, iron, zinc, copper, manganese, cobalt, molybdenum, arsenic, lead and cadmium by ICP-AES;

German version EN 15510:2007

Aliments des animaux –

Détermination des teneurs en calcium, sodium, phosphore, magnésium, potassium, fer, zinc, cuivre, manganèse, cobalt, molybdène, arsenic, plomb et cadmium par ICP-AES;

Version allemande EN 15510:2007

Gesamtumfang 31 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

Nationales Vorwort

Die Mitarbeit des DIN beim Europäischen Komitee für Normung (CEN) wird für den Bereich des CEN/TC 327 „Futtermittel — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ (Sekretariat: NEN, Niederlande) über das nationale Spiegelgremium, den Arbeitsausschuss „Futtermittel“ des Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) wahrgenommen.

Für die in diesem Dokument zitierte Internationale Norm wird im Folgenden auf die entsprechende Deutsche Norm hingewiesen:

ISO 5725-1-1994 siehe DIN ISO 5725-1:1997-11

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 5725-1:1997-11, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe*

Deutsche Fassung

Futtermittel —
Bestimmung von Calcium, Natrium, Phosphor, Magnesium,
Kalium, Eisen, Zink, Kupfer, Mangan, Cobalt, Molybdän, Arsen,
Blei und Cadmium mittels ICP-AES

Animal feeding stuffs —
Determination of calcium, sodium, phosphorus, magnesium,
potassium, iron, zinc, copper,
manganese, cobalt, molybdenum, arsenic,
lead and cadmium by ICP-AES

Aliments des animaux —
Détermination des teneurs en calcium, sodium, phosphore,
magnésium, potassium, fer, zinc, cuivre,
manganèse, cobalt, molybdène, arsenic,
plomb et cadmium par ICP-AES

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 30. Juni 2007 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum des CEN oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B- 1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	5
5 Reagenzien	5
6 Geräte, übliche Laborgeräte und insbesondere Folgendes	7
7 Probenahme	8
8 Vorbereitung der Untersuchungsprobe	8
9 Durchführung	9
10 Berechnung und Angabe der Ergebnisse	14
11 Präzision	16
12 Untersuchungsbericht	20
Anhang A (informativ) Ringversuchsergebnisse	21
Anhang B (informativ) Anmerkungen zu Nachweisverfahren, Störungen und quantitativer Bestimmung	26
Literaturhinweise	29

Vorwort

Dieses Dokument (EN 15510:2007) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 327 „Futtermittel — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Februar 2008, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Februar 2008 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren mittels Atomemissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-AES) zur Bestimmung von

- den Mineralstoffen Calcium, Natrium, Phosphor, Magnesium und Kalium und den Elementen Eisen, Zink, Kupfer, Mangan, Cobalt und Molybdän in Futtermitteln,
- den Elementen Arsen, Blei und Cadmium in Mineralien für sich allein, in Vormischungen und Mischungen für die Anwendung in Tiernahrung

fest.

Die Nachweisgrenze des Verfahrens hängt bei jedem Element sowohl von der Probenmatrix als auch von dem Gerät ab. Das Verfahren ist nicht für die Bestimmung von geringen Elementkonzentrationen anwendbar. Die Bestimmungsgrenze sollte bei 3 mg/kg oder niedriger liegen.

ANMERKUNG Dieses Verfahren kann für die Bestimmung von Mineralstoffen in Produkten mit einem hohen Mineralstoffgehalt (> 5 %) eingesetzt werden, für diesen Zweck stehen aber auch andere genauere Analysenverfahren zur Verfügung.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

EN ISO 3696, *Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696:1987)*

ISO 6498, *Animal feeding stuffs — Preparation of test samples*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Nachweisgrenze

LOD (en: limit of detection)

geringster gemessener Gehalt, aus dem mit einer annehmbaren statistischen Sicherheit das Vorliegen des Analyten abgeleitet werden kann

ANMERKUNG Die Nachweisgrenze ist numerisch gleich dem Dreifachen der Standardabweichung des Mittelwertes der unter Vergleichbedingungen durchgeführten Blindbestimmungen ($n \geq 10$, dabei ist n = Anzahl der Messwerte).

3.2

Bestimmungsgrenze

LOQ (en: limit of quantification)

der niedrigste Gehalt des Analyten, der mit einer annehmbaren statistischen Sicherheit gemessen werden kann

ANMERKUNG Wenn sowohl Richtigkeit als auch Präzision in einem Konzentrationsbereich um die Nachweisgrenze konstant sind, dann ist die Bestimmungsgrenze numerisch gleich dem Zehnfachen der Standardabweichung des Mittelwertes der unter Vergleichbedingungen durchgeführten Blindbestimmungen ($n \geq 10$, dabei ist n = Anzahl der Messwerte).

3.3

Futtermittel-Zusatzstoffe

Substanzen sind Futtermittel-Zusatzstoffe, wenn sie der in der EU-Richtlinie 1831/2003 angeführten Definition von Futtermittel-Zusatzstoffen entsprechen

3.4

Futtermittel

Substanzen, die der Definition der Futtermittel entsprechen, sind in der EU-Richtlinie 178/2002 angeführt

4 Kurzbeschreibung

Für die Bestimmung der Mineralstoffe Calcium, Natrium, Phosphor, Magnesium und Kalium und der Elemente Eisen, Zink, Kupfer, Mangan, Cobalt, Molybdän wird eine Prüfmenge der Probe verascht und in Salzsäure gelöst (im Fall von organischen Futtermitteln) oder mit Salzsäure nass aufgeschlossen (im Fall von Mineralstoffmischungen).

Für die Bestimmung der Elemente Arsen, Cadmium und Blei wird eine Prüfmenge der Probe mit Salpetersäure nass aufgeschlossen.

Die Konzentration der Elemente Calcium, Natrium, Phosphor, Magnesium, Kalium, Eisen, Zink, Kupfer, Mangan, Cobalt, Molybdän, Arsen, Cadmium und Blei wird mit Atomemissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-AES) unter Anwendung des Verfahrens der externen Kalibrierung oder der Standardaddition bestimmt.

WARNUNG — Die Anwendung dieser Europäischen Norm ist möglicherweise mit der Anwendung gefährlicher Stoffe, Verfahrensschritte und Ausrüstungsgegenstände verbunden. Die Norm kann jedoch nicht alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme anführen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Europäischen Norm, angemessene Sicherheits- und Gesundheitsvorkehrungen zu treffen und vor der Anwendung die Anwendbarkeit einschränkender Vorschriften zu bestimmen.

5 Reagenzien

Es sind nur Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit zu verwenden, sofern nichts anderes angegeben ist.

5.1 Wasser, entsprechend Qualität 2, wie in EN ISO 3696 festgelegt.

5.2 Salpetersäure, konzentriert, mindestens 65%ig (Massenanteil), mit einer Dichte von etwa (HNO₃) 1,42 g/ml.

5.3 Verdünnte Salpetersäure, herzustellen durch Mischen von 1 Volumenanteil Salpetersäure (5.2) mit 1 Volumenanteil Wasser.

5.4 Salpetersäure-Lösung mit einer Konzentration von 5 % (Massenkonzentration), wie folgt herzustellen: 160 ml verdünnte Salpetersäure (5.3) sind in einen 1 000-ml-Messkolben (6.7) zu pipettieren, und der Kolben ist bis zur Marke mit Wasser aufzufüllen.

5.5 Salpetersäure-Lösung mit einer Konzentration von 2 % (Volumenanteil in Prozent), wie folgt herzustellen: 20 ml Salpetersäure (5.2) sind in einen 1 000-ml-Messkolben (6.7) zu pipettieren, und der Kolben ist bis zur Marke mit Wasser aufzufüllen.

5.6 Salzsäure, konzentriert, mindestens 30%ig (Massenanteil), mit einer Dichte von etwa (HCl) 1,15 g/ml.

5.7 Verdünnte Salzsäure, herzustellen durch Mischen von 1 Volumenanteil Salzsäure (5.6) mit 1 Volumenanteil Wasser.

5.8 Salzsäure-Lösung mit einer Konzentration von 1 % (Massenkonzentration), wie folgt herzustellen: 60 ml verdünnte Salzsäure (5.7) sind in einen 1 000-ml-Messkolben (6.7) zu pipettieren, und der Kolben ist bis zur Marke mit Wasser aufzufüllen.

5.9 Element-Stammlösungen

Ca, Na, P, Mg, K, Fe, Zn, Cu, Mn, Co, Mo, Cd, Pb, As

$c = 1\,000\text{ mg/l}$

Der Anwender sollte eine geeignete Stammlösung auswählen. Im Handel sind sowohl Einzelelement-Stammlösungen als auch Mehrelement-Stammlösungen mit entsprechender Spezifikation unter Angabe der verwendeten Säure und des angewendeten Herstellungsverfahrens erhältlich. Es wird angeraten, zertifizierte Stammlösungen zu verwenden.

Stammlösungen sollten nicht nach Ablauf des Verfallsdatums verwendet werden.

ANMERKUNG Element-Stammlösungen mit anderen Konzentrationen als 1 000 mg/l dürfen ebenso verwendet werden.

5.10 Standardlösungen

5.10.1 Allgemeines

In Abhängigkeit vom Anwendungsbereich können unterschiedliche Mehrelement-Standardlösungen notwendig sein. Im Allgemeinen müssen beim Mischen von Mehrelement-Standardlösungen deren chemische Verträglichkeit und die mögliche Hydrolyse der Bestandteile berücksichtigt werden. Spektrale Störungen von anderen Elementen in Mehrelement-Standardlösungen müssen ebenfalls betrachtet werden (Anhang B.2.2). Die nachstehend angeführten Beispiele berücksichtigen auch den Messbereich von verschiedenen Atomemissionsspektrometern mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-Atomemissionsspektrometer) und die erwartete Konzentration des Elements in Futtermitteln.

Bei den Mehrelement-Standardlösungen wird davon ausgegangen, dass sie, wenn sie im Dunkeln aufbewahrt werden, für mehrere Monate stabil sind.

Andere Kombinationen von Elementen bei unterschiedlichen Konzentrationen können verwendet werden, vorausgesetzt, dass die Element-Stammlösungen (5.9) mit derselben Säure und derselben Konzentration verdünnt werden wie die Säure in der Prüflösung, um einen Bereich an Standards zu erhalten, der die Konzentrationen der zu bestimmenden Elemente einschließt.

5.10.2 Mehrelement-Standardlösung — Mineralstoffe in 1%iger HCl

$c(\text{Ca, Na, P, Mg, K}) = 40\text{ mg/l}$

40,0 ml von jeder Element-Stammlösung (Ca, Na, P, Mg, K) (5.9) sind in einen 1 000-ml-Messkolben (6.7) zu pipettieren. 60 ml verdünnte Salzsäure (5.7) sind hinzuzufügen. Der Kolben ist bis zur Marke mit Wasser aufzufüllen, und die Lösung ist in eine geeignete Vorratsflasche zu überführen.

5.10.3 Mehrelement-Standardlösung — Fe, Zn, Cu, Mn, Co, Mo in 1%iger HCl

$c(\text{Fe, Zn, Cu, Mn, Co, Mo}) = 50 \text{ mg/l}$

50,0 ml von jeder Element-Stammlösung (Fe, Zn, Cu, Mn, Co, Mo) (5.9) sind in einen 1 000-ml-Messkolben (6.7) zu pipettieren. 60 ml verdünnte Salzsäure (5.7) sind hinzuzufügen. Der Kolben ist bis zur Marke mit Wasser aufzufüllen, und die Lösung ist in eine geeignete Vorratsflasche zu überführen.

5.10.4 Mehrelement-Standardlösung — Cd, Pb, As in 5%iger HNO₃

$c(\text{Cd, Pb, As}) = 100 \text{ mg/l}$

100,0 ml von jeder Element-Stammlösung (Cd, Pb, As) (5.9) sind in einen 1 000-ml-Messkolben (6.7) zu pipettieren. 160 ml verdünnte Salpetersäure (5.3) sind hinzuzufügen. Der Kolben ist bis zur Marke mit Wasser aufzufüllen, und die Lösung ist in eine geeignete Vorratsflasche zu überführen.

6 Geräte, übliche Laborgeräte und insbesondere Folgendes

6.1 Labormühle

6.1.1 Es sind Labormühlen zu verwenden, die so ausgestattet sind, dass es zu keiner Verunreinigung der Proben kommt.

6.1.2 Labormühle, mit der bis zu einer Teilchengröße von $\leq 1 \text{ mm}$ zerkleinert werden kann, z. B. eine Messermühle oder ein gleichwertiges Gerät.

6.1.3 Labormühle, mit der bis zu einer Teilchengröße von $\leq 0,1 \text{ mm}$ zerkleinert werden kann, z. B. eine Kugelmühle oder ein gleichwertiges Gerät.

6.1.4 Mörser mit Pistill, frei von Verunreinigungen.

6.2 Analysenwaage, mit der auf 1 mg genau gewogen werden kann.

6.3 Elektrische Heizplatte, mit Temperaturregelung.

6.4 Veraschungstiegel, aus Platin, Quarz oder Porzellan.

6.5 Elektrischer Muffelofen, der auf einer Temperatur von $450 \text{ °C} \pm 20 \text{ °C}$ gehalten werden kann.

Die tatsächliche Temperatur im Ofen muss überprüft werden, weil sich diese Temperatur wesentlich von der eingestellten Temperatur unterscheiden kann.

6.6 Bechergläser, mit Fassungsvermögen von 100 ml und 250 ml.

6.7 Messkolben mit einer Marke, mit Fassungsvermögen von 100 ml, 500 ml und 1 000 ml.

6.8 Atomemissionsspektrometer mit induktiv gekoppeltem Plasma

Als Mindestanforderung muss das Gerät mit quengerichtetem Plasma (Radialplasma) ausgestattet sein; längsgerichtetes Plasma (Axialplasma) ist in gleichem Maße zulässig. Falls notwendig, muss ebenfalls eine Untergrundkorrektur durchgeführt werden. Die Einstellungen der Betriebsbedingungen (z. B. Beobachtungshöhe, Gasströme, Hochfrequenz- oder Plasmaleistung, Probenzufuhrzeit, Integrationszeit, Anzahl der Wiederholungen, ...) sind nach den Anweisungen des Herstellers zu optimieren.

6.9 Gefriertrockner, mit dem flüssige Futtermittel gefriergetrocknet werden können.

7 Probenahme

Die Probenahme ist nicht Bestandteil des in dieser Internationalen Norm beschriebenen Verfahrens. Ein empfohlenes Probenahmeverfahren ist in EN ISO 6497 angegeben.

Es ist wichtig, dass das Laboratorium eine Probe erhält, die tatsächlich repräsentativ ist und während des Transports oder der Lagerung nicht beschädigt oder verändert wurde.

8 Vorbereitung der Untersuchungsprobe

8.1 Allgemeines

Die Untersuchungsprobe ist nach ISO 6498 vorzubereiten.

- Das Zerkleinern muss unter Bedingungen erfolgen, bei denen die Substanz nicht nennenswert erwärmt wird.
- Der Arbeitsgang ist so oft wie notwendig zu wiederholen, und die Ausführung muss möglichst schnell erfolgen, um eine Aufnahme oder einen Verlust von Bestandteilen (Wasser) zu verhindern.
- Das gesamte zerkleinerte Produkt ist in einen Kolben, z. B. aus Polypropylen, zu überführen, der mit einem Stopfen verschlossen und auf eine Weise aufbewahrt werden kann, bei der Änderungen in der Zusammensetzung verhindert werden.
- Vor dem Einwiegen für die Analyse muss die gesamte Untersuchungsprobe aus Gründen der Homogenität gründlich gemischt werden.

8.2 Futtermittel, die als solche zerkleinert werden können

Die Laborprobe (üblicherweise 500 g) ist mit einer Mühle (6.1.2) oder einem Mörser (6.1.4) zu zerkleinern, bis eine Teilchengröße von 1 mm oder weniger erreicht ist.

8.3 Flüssige Futtermittel

8.3.1 Allgemeines

Flüssige Futtermittel müssen nach dem in 8.3.2 beschriebenen Verfahren vorgetrocknet oder nach dem in 8.3.3 beschriebenen Verfahren gefriergetrocknet werden.

8.3.2 Vortrocknen

Die Laborprobe ist zur Verringerung des Feuchtegehalts für eine Zeitdauer von mindestens 16 h bei $70\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ vorzutrocknen. Die Masse der Probe ist vor und nach dem Vortrocknen mit einer Analysenwaage (6.2) zu bestimmen. Die vorgetrocknete Probe ist nach 8.2 zu zerkleinern.

8.3.3 Gefrieretrocknen

Die Laborprobe muss nach der Gebrauchsanweisung des Gefrieretrockners (6.9) gefriergetrocknet werden. Die Masse der Probe ist vor und nach dem Gefrieretrocknen mit einer Analysenwaage (6.2) zu bestimmen. Die gefriergetrocknete Probe ist nach 8.2 zu zerkleinern.