

DIN EN 15510



ICS 65.120

Ersatz für
DIN EN 15510:2007-10

**Futtermittel –
Probenahme- und Untersuchungsverfahren –
Bestimmung von Calcium, Natrium, Phosphor, Magnesium, Kalium, Eisen,
Zink, Kupfer, Mangan, Cobalt, Molybdän und Blei mittels ICP-AES;
Deutsche Fassung EN 15510:2017**

Animal feeding stuffs –

Methods of sampling and analysis –

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

German version EN 15510:2017

Aliments des animaux –

Méthodes d'échantillonnage et d'analyse –

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

Version allemande EN 15510:2017

Gesamtumfang 35 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 15510:2017) wurde von der Arbeitsgruppe 4 „Schwermetalle, Spurenelemente und Mineralien“ (Sekretariat: NEN, Niederlande) des Technischen Komitees CEN/TC 327 „Futtermittel — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird, unter Beteiligung deutscher Experten erarbeitet.

Für die deutsche Mitarbeit ist der Arbeitsausschuss NA 057-03-03 AA „Futtermittel“, (Spiegelausschuss zu CEN/TC 327) im DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) verantwortlich.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 5725-1 siehe DIN ISO 5725-1

Änderungen

Gegenüber DIN EN 15510:2007-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) in der Norm wurden die Elemente Arsen und Cadmium gestrichen;
- b) WARNUNG mit dem Hinweis auf „die Anwendung gefährlicher Stoffe, Verfahrensschritte und Ausrüstungsgegenstände“ in das Europäische Vorwort aufgenommen;
- c) Hinweis im Anwendungsbereich (Abschnitt 1) und in der Kurzbeschreibung (Abschnitt 4) auf das Aufschlussverfahren (entweder nach trockenem Veraschen und Auflösen in Salzsäure oder durch Nassaufschluss mit Salzsäure) aufgenommen;
- d) Hinweis im Anwendungsbereich aufgenommen, dass das Verfahren bei diversen Futtermitteln erfolgreich getestet wurde;
- e) der Abschnitt 3 „Begriffe“ wurde redaktionell überarbeitet und aktualisiert;
- f) der Unterabschnitt 9.1.3 „Trockenes Veraschen und Extraktion mit HCl“ wurde überarbeitet und aktualisiert;
- g) der Unterabschnitt 9.1.4 „Nassaufschluss mit HNO₃“ neu aufgenommen;
- h) Literaturhinweise erweitert;
- i) Norm redaktionell überarbeitet und den derzeit gültigen Gestaltungsregeln angepasst.

Frühere Ausgaben

DIN EN 15510: 2007-10

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Meßverfahren und Meßergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe (ISO 5725-1)*

— Leerseite —

Deutsche Fassung

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

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

Aliments des animaux —
Méthodes d'échantillonnage et d'analyse —
Détermination des teneurs en calcium, sodium,
phosphore, magnésium, potassium, fer, zinc, cuivre,
manganèse, cobalt, molybdène et plomb par ICP-AES

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 6. Februar 2017 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 CEN-CENELEC-Management-Zentrum 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, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort.....	4
1 Anwendungsbereich.....	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung.....	6
5 Reagenzien	7
6 Geräte.....	8
7 Probenahme.....	9
8 Probenvorbereitung.....	9
8.1 Allgemeines.....	9
8.2 Futtermittel, die zerkleinert werden können	9
8.3 Flüssige Futtermittel.....	10
8.3.1 Allgemeines.....	10
8.3.2 Vortrocknen.....	10
8.3.3 Gefriertrocknen	10
8.4 Mineralstoffmatrizes.....	10
9 Durchführung	10
9.1 Aufschluss.....	10
9.1.1 Auswahl des Verfahrens	10
9.1.2 Extraktion mit HCl.....	10
9.1.3 Trockenes Veraschen und Extraktion mit HCl.....	11
9.1.4 Nassaufschluss mit HNO ₃	11
9.2 Kalibrierung.....	12
9.2.1 Allgemeines.....	12
9.2.2 Externe Kalibrierung	12
9.2.3 Verfahren der Standardaddition.....	12
9.2.4 Beispiel für eine Kalibrierung mit einem Standardzusatz nach dem trockenen Veraschen — HCl	12
9.2.5 Beispiel für eine Kalibrierung mit einem Standardzusatz nach Nassaufschluss — 1 %ige HCl	13
9.2.6 Beispiel für eine Kalibrierung mit einem Standardzusatz nach Nassaufschluss mit HNO ₃	13
9.3 Bestimmung	13
9.3.1 Allgemeines.....	13
9.3.2 Bestimmung durch Atomemissionsspektrometrie mittels induktiv gekoppeltem Plasma.....	13
10 Berechnung und Angabe der Ergebnisse.....	14
10.1 Allgemeines.....	14
10.2 Externe Kalibrierung	14
10.3 Verfahren der Standardaddition mit einmaligem Standardzusatz.....	15
10.4 Verfahren der Standardaddition mit mehrmaligem Standardzusatz	15
10.5 Berechnung des Elementgehalts in der Probe.....	16
10.6 Beispiel für die Berechnung nach dem Verfahren der Standardaddition durch einmaligen Standardzusatz.....	17

11	Präzision.....	17
11.1	Ringversuch.....	17
11.2	Wiederholpräzision.....	17
11.3	Vergleichpräzision	17
12	Untersuchungsbericht	20
Anhang A (informativ) Ergebnisse der Ringversuche.....		21
Anhang B (informativ) Anmerkungen zu Nachweisverfahren, Störungen und Quantifizierung		28
B.1	Allgemeines	28
B.2	Störungen.....	28
B.2.1	Allgemeines	28
B.2.2	Spektrale Störungen (Interferenzen)	28
B.2.3	Ionisationsstörungen	28
B.2.4	Physikalische Störungen	28
B.3	Quantitative Bestimmung und Matrixangleichung	29
B.3.1	Allgemeines	29
B.3.2	Kalibrierkurve.....	29
B.3.3	Matrixangleichung	29
B.3.4	Standardaddition	29
Literaturhinweise		31

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 15510:2017) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 327 „Futtermittel — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Februar 2018, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Februar 2018 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN 15510:2007.

WARNUNG — Das in dieser Norm beschriebene Verfahren erfordert den Einsatz gesundheitsgefährdender Reagenzien. Diese Norm beansprucht nicht, alle damit verbundenen Sicherheitsprobleme zu behandeln. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Norm, vor ihrer Anwendung geeignete Maßnahmen für die Sicherheit und den Gesundheitsschutz des Personals zu ergreifen, und dafür Sorge zu tragen, dass behördliche und gesetzliche Regelungen eingehalten werden.

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

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt das Verfahren der Atomemissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-AES) zur Bestimmung der Elemente Calcium, Natrium, Phosphor, Magnesium, Kalium, Eisen, Zink, Kupfer, Mangan, Kobalt, Molybdän und Blei fest.

Die Elemente Calcium, Natrium, Phosphor, Magnesium, Kalium, Eisen, Zink, Kupfer, Mangan, Kobalt, Molybdän und Blei werden entweder nach trockenem Veraschen und Auflösen in Salzsäure aus Futtermittel, das größtenteils aus organischer Substanz besteht, oder durch Nassaufschluss mit Salzsäure aus Futtermittel, das größtenteils aus anorganischer Substanz besteht, extrahiert.

Zur Bestimmung von extrahierbarem Blei in Mineralstoffen und Futtermitteln, die Schichtsilikate enthalten (z. B. kaolinitischer Ton), sollte Nassaufschluss mit verdünnter Salpetersäure verwendet werden.

Das Verfahren wurde erfolgreich geprüft mit:

- Calcium, Natrium, Phosphor, Magnesium, Kalium, Eisen, Zink, Kupfer, Mangan, Cobalt und Molybdän in den folgenden Futtermitteln: 2 Alleinfuttermittel (Schweine-, Schaffutter), 1 Einzelfuttermittel (Phosphat), 1 Mineralstoffvormischung und 2 Ergänzungsfuttermittel (2 Mineralfutter);
- Blei in 2 Einzelfuttermitteln (Phosphat, CaCO_3), 2 Futtermittel-Zusatzstoffen (Bentonit, CuSO_4) und 1 Ergänzungsfuttermittel (Mineralfutter).

Für Elemente mit einem HorRat-Wert höher als 2 (siehe Anhang A) ist das Verfahren eher als Screening-Verfahren und nicht für Bestätigungszwecke geeignet.

Die Nachweisgrenze des Verfahrens hängt bei jedem Element von der Probenmatrix und von dem Gerät ab. Das Verfahren ist nicht zur Bestimmung einer geringen Elementkonzentration anwendbar. Die Bestimmungsgrenze sollte bei 3 mg/kg oder niedriger liegen.

Dieses Verfahren dient ebenfalls zur Bestimmung in Produkten mit hohem Gehalt des zu messenden Elements (> 5 %). Dann muss die Genauigkeit des Verfahrens im Einzelfall geprüft werden.

ANMERKUNG Die Ergebnisse nach EN 15550 können niedriger sein als die nach EN 15621, da EN 15621 den Druckaufschluss verwendet.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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)*

EN ISO 6498, *Futtermittel — Leitfaden für die Probenvorbereitung (ISO 6498)*

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 1 zum Begriff: Die Nachweisgrenze ist numerisch gleich dem Dreifachen der Standardabweichung des Mittelwertes der unter Vergleichsbedingungen 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 1 zum Begriff: 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 Vergleichsbedingungen durchgeführten Blindbestimmungen ($n \geq 10$, dabei ist n = Anzahl der Messwerte).

3.3

Futtermittel-Zusatzstoffe

Stoffe, die der in der Verordnung (EG) Nr. 1831/2003 des Europäischen Parlaments und des Rates vom 22. September 2003 über Zusatzstoffe zur Verwendung in der Tierernährung angeführten Definition von Futtermittel-Zusatzstoffen entsprechen [3]

3.4

Futtermittel

Stoffe, die der in der Verordnung (EG) Nr. 178/2002 [4] angeführten Definition von Futtermitteln entsprechen [4]

4 Kurzbeschreibung

Für die Bestimmung der Elemente Calcium, Natrium, Phosphor, Magnesium, Kalium, Eisen, Zink, Kupfer, Mangan, Kobalt, Molybdän und Blei wird eine Prüfmenge der Probe

- trocken verascht und in Salzsäure aufgelöst, wenn das Futtermittel im Wesentlichen aus organischer Substanz besteht, oder
- nass mit Salzsäure aufgeschlossen, wenn das Futtermittel im Wesentlichen aus anorganischer Substanz besteht.

Zur Bestimmung von extrahierbarem Blei in Mineralstoffen und Futtermitteln, die Schichtsilikate enthalten (z. B. kaolinitischer Ton), sollte Nassaufschluss mit Salpetersäure verwendet werden.

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

5 Reagenzien

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

WARNUNG — Die Anwendung dieser Europäischen Norm kann mit der Anwendung gefährlicher Stoffe, Verfahrensschritte und Ausrüstungsgegenstände verbunden sein. Diese Norm kann jedoch nicht alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme anführen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Europäischen Norm, vor Anwendung angemessene Sicherheits- und Gesundheitsvorkehrungen zu treffen und zu prüfen, welche einschränkenden Vorschriften zu berücksichtigen sind.

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 (HNO_3) 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, Pb

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

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. Die Verwendung zertifizierter Stammlösungen wird empfohlen.

Stammlösungen sollten nicht nach Ablauf des Verfallsdatums verwendet werden. 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 beachtet