

DIN EN 15550



ICS 65.120

Ersatz für
DIN EN 15550:2007-12

**Futtermittel –
Probenahme- und Untersuchungsverfahren –
Bestimmung von Cadmium und Blei mittels
Graphitrohren-Atomabsorptionsspektrometrie (GF-AAS) nach
Druckaufschluss;
Deutsche Fassung EN 15550:2017**

Animal feeding stuffs –
Methods of sampling and analysis –
Determination of cadmium and lead by graphite furnace atomic absorption spectrometry
(GF-AAS) after pressure digestion;
German version EN 15550:2017

Aliments des animaux –
Méthodes d'échantillonnage et d'analyse –
Dosage du cadmium et du plomb par spectrométrie d'absorption atomique à l'aide d'un four
graphite après minéralisation sous pression;
Version allemande EN 15550:2017

Gesamtumfang 24 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 15550:2017) 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-Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) verantwortlich.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen, wobei EN-ISO-Normen nur dann genannt sind, wenn sie nicht als DIN-EN-ISO-Normen mit gleicher Zählnummer veröffentlicht sind:

EN ISO 3696	siehe DIN ISO 3696
ISO 5725-1	siehe DIN ISO 5725-1
ISO 11843-1	siehe DIN ISO 11843-1

Änderungen

Gegenüber DIN EN 15550:2007-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) WARNUNG mit dem Hinweis auf den Einsatz gesundheitsgefährdender Reagenzien aufgenommen;
- b) Hinweis im Anwendungsbereich aufgenommen, dass das Verfahren bei 11 Futtermitteln erfolgreich getestet wurde;
- c) der Abschnitt 3 „Begriffe“ wurde redaktionell überarbeitet und aktualisiert;
- d) der Abschnitt 6 „Geräte“ wurde redaktionell überarbeitet und aktualisiert;
- e) der Unterabschnitt 9.2 „Extrahierbares Blei in Mineralien und Futtermitteln, die Schichtsilikate enthalten — Extraktion mit verdünnter Salpetersäure“ neu aufgenommen;
- f) Tabelle A.1 „Statistische Ergebnisse von Ringversuchen — Cd“ wurde erweitert und aktualisiert;
- g) Tabelle A.2 „Statistische Ergebnisse von Ringversuchen — Pb“ wurde erweitert und aktualisiert;
- h) Literaturhinweise erweitert;
- i) Norm redaktionell überarbeitet und den derzeit gültigen Gestaltungsregeln angepasst.

Frühere Ausgaben

DIN EN 15550: 2007-12

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

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

DIN ISO 11843-1, *Erkennungsfähigkeit — Teil 1: Begriffe (ISO 11843-1:1997 einschließlich Technisches Korrigendum 1:2003)*

— Leerseite —

Deutsche Fassung

Futtermittel —
Probenahme- und Untersuchungsverfahren —
Bestimmung von Cadmium und Blei mittels Graphitrohren-
Atomabsorptionsspektrometrie (GF-AAS) nach
Druckaufschluss

Animal feeding stuffs —
Methods of sampling and analysis —
Determination of cadmium and lead by graphite
furnace atomic absorption spectrometry (GF-AAS)
after pressure digestion

Aliments des animaux —
Méthodes d'échantillonnage et d'analyse —
Dosage du cadmium et du plomb par spectrométrie
d'absorption atomique à l'aide d'un four graphite
après minéralisation sous pression

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	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	5
5 Reagenzien	6
6 Geräte	7
7 Probenahme	7
8 Vorbereitung der Untersuchungsprobe	8
8.1 Allgemeines	8
8.2 Futtermittel, die zerkleinert werden können	8
8.3 Flüssige Futtermittel	8
8.3.1 Allgemeines	8
8.3.2 Vortrocknen	8
8.3.3 Gefriertrocknen	8
8.4 Mineralstoffmatrizes	8
9 Durchführung	9
9.1 Aufschluss	9
9.1.1 Allgemeines	9
9.1.2 Druckaufschluss	9
9.2 Extrahierbares Blei in Mineralstoffen und Futtermitteln, die Schichtsilikate (z. B. Kaolinit-Ton) enthalten — Extraktion mit verdünnter Salpetersäure	9
9.3 Kalibrierung	10
9.4 Bestimmung	10
9.4.1 Allgemeines	10
9.4.2 Bestimmung durch AAS-Graphitrohrföfen — Atomabsorptionsspektrometrie	10
10 Berechnung und Angabe der Ergebnisse	11
11 Präzision	11
11.1 Ringversuch	11
11.2 Wiederholpräzision	11
11.3 Vergleichpräzision	11
12 Untersuchungsbericht	13
Anhang A (informativ) Ergebnisse der Ringversuche	14
Anhang B (informativ) Anmerkungen zu Nachweisverfahren, Störungen und Quantifizierung und Druckaufschluss	17
Literaturhinweise	20

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 15550:2017) 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 15550:2007.

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 geeignet 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 ein Verfahren zur Bestimmung der Elemente Cadmium und Blei in Futtermitteln mit Graphitrohrföfen-Atomabsorptionsspektrometrie (GF-AAS) nach Druckaufschluss fest.

Das Verfahren wurde bei 11 Futtermitteln im Bereich von 0,015 mg/kg bis 5,65 mg/kg für Cadmium und 0,18 mg/kg bis 40,3 mg/kg für Blei erfolgreich geprüft: 2 Alleinfuttermittel (für Schweine und Schafe), 2 Ergänzungsfuttermittel (2 Mineralfuttermittel), 1 Mineralstoffvormischung, 4 Einzelfuttermittel (MgO, 2-Phosphat, CaCO₃) und 2 Futtermittel-Zusatzstoffe (CuSO₄, Bentonit).

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

Die Nachweisgrenze des Verfahrens hängt bei jedem Element sowohl von der Probenmatrix als auch vom verwendeten Gerät ab. Für Cadmium sollte normalerweise eine Bestimmungsgrenze von 0,05 mg/kg erreicht werden, während für Blei eine Bestimmungsgrenze von 0,5 mg/kg erreicht werden sollte.

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)

Konzentration (Massenanteil) aus der kleinsten Messung, die mit angemessener Sicherheit für ein gegebenes analytisches Verfahren bestimmt werden kann

Anmerkung 1 zum Begriff: x_{LOD} bezeichnet die Nachweisgrenze, die als Konzentration (Massenanteil) ausgedrückt wird.

[QUELLE: ISO 11843-1, siehe [1]]

Anmerkung 2 zum Begriff: Bei analytischen Systemen, in denen der Validierungsbereich nicht heranreicht oder die Grenze mit einschließt, braucht die Nachweisgrenze nicht Teil der Validierung zu sein.

[QUELLE: IUPAC 2002, siehe [2]]

Anmerkung 3 zum Begriff: Die verschiedenen konzeptionellen Herangehensweisen an das Thema sind abhängig von der Präzision bei oder nahe der Nullkonzentration (Massenanteil) unter Wiederholpräzisions- oder Vergleichpräzisionsbedingungen.