

DIN EN 16159

ICS 65.120

**Futtermittel –
Bestimmung von Selen mit
Atomabsorptionsspektrometrie-Hydridtechnik (HD-AAS) nach
Mikrowellen-Druckaufschluss (Aufschluss mit 65 % Salpetersäure und
30 % Wasserstoffperoxid);
Deutsche Fassung EN 16159:2012**

Animal feeding stuffs –

Determination of selenium by hydride generation atomic absorption spectrometry (HGAAS) after microwave digestion (digestion with 65 % nitric acid and 30 % hydrogen peroxide);

German version EN 16159:2012

Aliments pour animaux –

Dosage du sélénium par spectrométrie d'absorption atomique par génération d'hydrures (SAAGH) après digestion par micro-ondes (extraction avec de l'acide nitrique à 65 % et du peroxyde d'hydrogène à 30 %);

Version allemande EN 16159:2012

Gesamtumfang 18 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (DIN EN 16159) basiert auf einer vom Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten (VDLUFA) e. V. erarbeiteten und im Ringversuch geprüften Untersuchungsmethode. Diese wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 327 „Futtermittel — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“, dessen Sekretariat vom NEN (Niederlande) geführt wird, im Rahmen eines Mandats übernommen. Die Mitarbeit des DIN beim Europäischen Komitee für Normung (CEN) wird für den Bereich des CEN/TC 327 über das nationale Spiegelgremium, den Arbeitsausschuss NA 057-03-03 AA „Futtermittel“ des Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) wahrgenommen.

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 Zählernummer veröffentlicht sind:

EN ISO 3696 siehe DIN ISO 3696

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen; Identisch mit ISO 3696:1987*

Deutsche Fassung

**Futtermittel - Bestimmung von Selen mit
Atomabsorptionsspektrometrie-Hydridtechnik (HD-AAS) nach
Mikrowellen-Druckaufschluss (Aufschluss mit 65 %
Salpetersäure und 30 % Wasserstoffperoxid)**

Animal feeding stuffs - Determination of selenium by
hydride generation atomic absorption spectrometry
(HGAAS) after microwave digestion (digestion with 65 %
nitric acid and 30 % hydrogen peroxide)

Aliments pour animaux - Dosage du sélénium par
spectrométrie d'absorption atomique par génération
d'hydrures (SAAGH) après digestion par micro-ondes
(extraction avec de l'acide nitrique à 65 % et du peroxyde
d'hydrogène à 30 %)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 30. Dezember 2011 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-CENELEC 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, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, 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

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

Inhalt

Seite

Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung	4
4 Reagenzien	5
5 Geräte und Ausrüstung	6
6 Durchführung	7
6.1 Allgemeines	7
6.2 Herstellung der Prüflösung	7
6.3 Messung der Prüflösung	8
6.3.1 Vorverdünnen der Prüflösung	8
6.3.2 Vorreduktion der (vorverdünnten) Prüflösung	9
6.3.3 Spektrometerbezogene Einstellungen des Atomabsorptionsspektrometers mit Hydridtechnik und Fließinjektionsverfahren (HD-AAS)	9
6.3.4 HD-AAS-Bestimmung	9
7 Berechnung	10
8 Präzision	11
8.1 Einleitung	11
8.2 Allgemeines	11
8.3 Wiederholpräzision	11
8.4 Vergleichpräzision	11
9 Untersuchungsbericht	11
Anhang A (informativ) Ergebnisse der Ringversuche	12
Anhang B (informativ) Flussdiagramm — Bestimmung von Selen mit Atomabsorptionsspektrometrie-Hydridtechnik (HD-AAS) nach Mikrowellen-Druckaufschluss (Aufschluss mit 65 % Salpetersäure und 30 % Wasserstoffperoxid)	13
Anhang C (informativ) Alternatives Aufschlussverfahren mit gleicher Wirksamkeit des Aufschlusses: Säureaufschluss mit einem Gemisch aus 65%iger Salpetersäure und 70%iger Perchlorsäure (7:3, Volumenanteil) bei atmosphärischem Druck	14
C.1 Herstellung der Selen-Kalibrierlösungen	14
C.2 Herstellung der Prüflösung	14
C.3 Messung der Prüflösung	15
C.3.1 Vorreduktion von Se (VI) zu Se (IV) in den Proben	15
C.3.2 Atomabsorptionsspektrometer (HD-AAS-Verfahren)	15
C.4 Zehn Regeln für eine automatisierte Nassveraschung mit Perchlorsäure	15
Literaturhinweise	16

Vorwort

Dieses Dokument (EN 16159:2012) 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 August 2012, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis August 2012 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument wurde unter einem Mandat erarbeitet, das die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone dem CEN erteilt haben.

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, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung von Selen in Futtermitteln mittels Atomabsorptionsspektrometrie-Hydridtechnik (HD-AAS) (en: Hydride Generation Atomic Absorption Spectrometry, HGAAS) nach Mikrowellen-Druckaufschluss fest.

Dieses Verfahren wurde erfolgreich von der CEN/TC 327/WG 4 durch einen Ringversuch im Bereich von 0,25 mg/kg bis 74 mg/kg geprüft.

Die Bestimmungsgrenze beträgt 0,5 µg/l Messlösung, die mit dem Kalibrierstandard 2 übereinstimmt. Bei Verwendung einer Prüfmenge von 0,5 g und einem Volumen der Messlösung von 25 ml nach dem Druckaufschluss beträgt die berechnete Bestimmungsgrenze im Futtermaterial 0,125 mg/kg.

ANMERKUNG Es könnte eine niedrigere Bestimmungsgrenze erreicht werden – jedes Labor hat dies zu prüfen.

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 6497, *Futtermittel — Probenahme (ISO 6497)*

prEN ISO 6498, *Futtermittel — Leitfaden für die Probenvorbereitung (ISO/DIS 6498)*

3 Kurzbeschreibung

Selen wird in der Prüflösung durch Atomabsorptionsspektrometrie-Hydridtechnik (Fluoreszenz-Atomabsorptions-Hydridtechnik) nach Mikrowellen-Druckaufschluss und einem Vorreduktionsschritt bestimmt.

Die homogenisierte Untersuchungsprobe eines Futtermittels wird mit Salpetersäure und Wasserstoffperoxid unter Druck und bei hohen Temperaturen in einem mikrowellenbeheizten Druckaufschlusssystem aufgeschlossen.

Selenionen in der Prüflösung werden mit Salzsäure zu Selen (IV) reduziert und mit Natriumborhydrid in Selenwasserstoff (SeH₂) umgewandelt. Dieser Selenwasserstoff wird mit Hilfe eines Trägergasstroms in eine beheizte Messküvette überführt und zersetzt. Die Absorption auf der Selenlinie bei 196,0 nm entspricht der Menge an Selen.

ANMERKUNG Unter den hier beschriebenen Bedingungen der Hydridbildung wird Selen (VI) nicht erfasst. Damit nur Selen (IV) vorliegt, müssen daher die Aufschlussbedingungen angepasst und ein Vorreduktionsschritt mit Salzsäure durchgeführt werden.

Andere Aufschlussverfahren mit derselben Wirksamkeit des Aufschlusses oder andere Messsysteme, wie z. B. FI-HD-AAS oder Hydrid-Generation-induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie sind möglich (siehe Anhang C).

WARNUNG — Die Anwendung dieser Norm kann mit der Anwendung gefährlicher Stoffe, Verfahrensschritte und Ausrüstungsgegenstände verbunden sein. Diese Norm erhebt nicht den Anspruch, dass alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme angesprochen werden. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Norm, geeignete Vorkehrungen für den Arbeits- und Gesundheitsschutz zu treffen und vor der Anwendung die Anwendbarkeit einschränkender Vorschriften zu bestimmen.