

DIN EN 16160

ICS 65.120

**Futtermittel –
Bestimmung von Blausäure mittels HPLC;
Deutsche Fassung EN 16160:2012**

Animal feeding stuffs –
Determination of Hydrocyanic acid by HPLC;
German version EN 16160:2012

Aliments pour animaux –
Dosage de l'acide cyanhydrique par CLHP;
Version allemande EN 16160:2012

Gesamtumfang 18 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 16160:2012) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 327 „Futtermittel — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NEN (Niederlande) gehalten wird.

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:

ISO 5725-2 siehe DIN ISO 5725-2

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

Deutsche Fassung

Futtermittel - Bestimmung von Blausäure mittels HPLC

Animal feeding stuffs - Determination of Hydrocyanic acid
by HPLC

Aliments pour animaux - Dosage de l'acide cyanhydrique
par CLHP

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 14. Januar 2012 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	4
5 Geräte	7
6 Probenahme	8
7 Herstellung der Untersuchungsprobe	8
8 Durchführung	8
9 Berechnung der Ergebnisse	11
10 Präzision	12
11 Untersuchungsbericht	12
Anhang A (informativ) Ergebnisse des Ringversuchs	13
Anhang B (informativ) Ergebnisse des Ringversuchs ohne Korrektur der Wiederfindung	14
Anhang C (informativ) Alternatives Verfahren für die enzymatische Aufspaltung (8.3.3) und die Wasserdampf-Destillation (8.3.4)	15
Literaturhinweise	16

Vorwort

Dieses Dokument (EN 16160:2012) 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 September 2012, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis September 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, und unterstützt grundlegende Anforderungen der EU-Richtlinien.

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 gilt für die quantitative Bestimmung von (gebundener und freier) Blausäure (HCN) in Futtermittelrohstoffen pflanzlichen Ursprungs und Mischfuttermittel mittels Hochleistungs-Flüssigchromatographie (HPLC).

Das Verfahren ist von 10 mg HCN/kg bis 350 mg HCN/kg validiert. Wird das Verfahren außerhalb dieses Bereiches angewendet, sollte es mindestens innerhalb des Labors validiert werden. Eine Bestimmungsgrenze von 2 mg HCN/kg sollte üblicherweise erreicht werden.

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).

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

3 Kurzbeschreibung

Blausäure kommt in Futtermitteln in Form von Cyanoglycosiden vor.

Cyanoglycoside werden mit einer sauren Lösung extrahiert. Nach Inkubation mit Säure wird der pH-Wert auf einen Wert zwischen 5,9 und 6,0 eingestellt. Nach Zugabe von β -Glucosidase wird bei 38 °C inkubiert, um aus Cyanoglycosiden Blausäure freizusetzen. Blausäure wird in einer Kaliumhydroxidlösung mittels Wasserdampfdestillation gesammelt. Um einen fluoreszierenden Komplex zu bilden, wird anschließend Cyanid mit Taurin und 2,3-Napthalendicarboxyaldehyd (NAD) derivatisiert. Der Cyanidkomplex wird mittels HPLC mit Fluoreszenznachweis analysiert.

4 Reagenzien

Wenn nicht anders festgelegt, sind nur Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit und nur destilliertes oder demineralisiertes Wasser oder Wasser entsprechender Reinheit zu verwenden.

WARNUNG — Alle Lösemittel und Lösungen sind unter einem Dunstabzug zu verwenden. Schutzbrille und Schutzkleidung sind zu tragen und Hautkontakt ist zu vermeiden. Besonders ist auf den Abfall zu achten, der HCN oder CN^- enthält.

4.1 β -Glucosidase, aus Mandeln, EC 3.2.1.21, mindestens 2 Einheiten/mg (z. B. Sigma G-0395)¹⁾

4.2 Kaliumcyanid, KCN

4.3 Amygdalin, (z. B. Sigma G-6005)²⁾

4.4 Kaliumdihydrogenphosphat, KH_2PO_4

4.5 Dikaliumhydrogenphosphat, K_2HPO_4

4.6 Natriumhydroxid, NaOH

1) Sigma G-0395 ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Europäischen Norm und bedeutet keine Anerkennung dieses genannten Produktes durch CEN.

2) Sigma G-6005 ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Europäischen Norm und bedeutet keine Anerkennung dieses genannten Produktes durch CEN.