

DIN EN 16277



ICS 65.120

**Futtermittel –
Bestimmung von Quecksilber mit
Kaltdampf-Atomabsorptionsspektrometrie (KD-AAS) nach
Mikrowellen-Druckaufschluss (Extraktion mit 65 % Salpetersäure und
30 % Wasserstoffperoxid);
Deutsche Fassung EN 16277:2012**

Animal feeding stuffs –

Determination of mercury by cold-vapour atomic absorption spectrometry (CVAAS) after microwave pressure digestion (extraction with 65 % nitric acid and 30 % hydrogen peroxide);

German version EN 16277:2012

Aliments des animaux –

Dosage du mercure par spectrométrie d'absorption atomique à vapeur froide (SAVVF) après digestion sous pression par micro-ondes (extraction avec de l'acide nitrique à 65 % et du peroxyde d'hydrogène à 30 %);

Version allemande EN 16277:2012

Gesamtumfang 18 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (DIN EN 16277) 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 Quecksilber mit Kaltdampf-
Atomabsorptionsspektrometrie (KD-AAS) nach Mikrowellen-
Druckaufschluss (Extraktion mit 65 % Salpetersäure und 30 %
Wasserstoffperoxid)**

Animal feeding stuffs — Determination of mercury by cold-
vapour atomic absorption spectrometry (CVAAS) after
microwave pressure digestion (extraction with 65 % nitric
acid and 30 % hydrogen peroxide)

Aliments des animaux — Dosage du mercure par
spectrométrie d'absorption atomique à vapeur froide
(SAVVF) après digestion sous pression 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 17. Mai 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, die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien, 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 Prüfgeräte und Prüfausrüstung	6
6 Durchführung des Prüfverfahrens	7
7 Berechnung	9
8 Präzision	9
9 Untersuchungsbericht	10
Anhang A (informativ) Ergebnisse der Ringversuche.....	11
Anhang B (informativ) Flussdiagramm – Bestimmung von Quecksilber mit KD-AAS nach Mikrowellen-Druckaufschluss	12
Anhang C (informativ) Alternatives Aufschlussverfahren mit vergleichbarer Extraktionswirkung: Säureaufschluss mit einem Gemisch aus 65-%iger Salpetersäure und 70-%iger Perchlorsäure (7:3 V/V) bei Atmosphärendruck.....	13
Anhang D (informativ) Alternatives Aufschlussverfahren mit vergleichbarer Extraktionswirkung: Säureaufschluss unter Rückfluss mit einem Gemisch aus 65-%iger Salpetersäure und 37-%iger Salzsäure und 30-%igem Wasserstoffperoxid.....	15
Literaturhinweise	16

Vorwort

Dieses Dokument (EN 16277:2012) 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 Januar 2013, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Januar 2013 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, die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien, 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 für die Bestimmung von Quecksilber in Futtermitteln nach Druckaufschluss in einem Mikrowellengerät mit Kaltdampf-Atomabsorptionsspektrometrie (KD-AAS) fest. Die Bestimmungsgrenze in der Prüflösung sollte $\leq 0,25 \mu\text{g/l}$ sein. Mit einer Prüfmenge von 0,5 g und einem Volumen der Prüflösung von 25 ml sollte eine Bestimmungsgrenze von 0,012 5 mg/kg erlangt 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).

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

EN ISO 6497, *Futtermittel — Probenahme (ISO 6497)*

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

3 Kurzbeschreibung

Quecksilber wird in der Prüflösung nach Druckaufschluss in der Mikrowelle mit Kaltdampf-Atomabsorptionsspektrometrie (KD-AAS) bestimmt.

Die homogenisierte Untersuchungsprobe des Futtermittels wird mit Salpetersäure und Wasserstoffperoxid unter Druck und hohen Temperaturen in einem in einer Mikrowelle erhitzten Druckaufschlusssystem aufgeschlossen.

Die Prüflösung wird in das Reaktionsgefäß der Quecksilber-Analyseneinheit überführt, und das Quecksilber wird mit Natriumborhydrid oder Zinn(II)-chlorid zu flüchtigem elementarem Quecksilber reduziert und mit Hilfe eines Trägergasstromes in die Küvette des AAS-Gerätes gespült. Als eine Möglichkeit ließen sich mit einem zusätzlichen Amalgamationsschritt die Empfindlichkeit erhöhen und Matrixeffekte verringern. Die Absorption bei 253,7 nm (Quecksilberlinie) dient als Maß für die Quecksilberkonzentration in der Küvette.

Möglich sind auch andere Aufschlussverfahren mit vergleichbarer Extraktionswirkung (siehe Anhang D und Anhang E) oder andere Messsysteme wie FI-CVAAS (en: flow injection cold-vapour atomic absorption spectroscopy) oder CV-ICP-AES (en: cold-vapour inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy).

WARNUNG — Die Anwendung dieser Norm kann mit dem Einsatz gefährlicher Stoffe und der Anwendung gefährlicher Verfahrensschritte und Ausrüstungsgegenstände verbunden sein. Die Norm kann jedoch nicht alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme anführen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Norm, angemessene Vorkehrungen für den Arbeits- und Gesundheitsschutz zu treffen und vor der Anwendung die jeweils zutreffenden Vorschriften zu bestimmen.

4 Reagenzien

Die Konzentration an Spurenelementen in den Chemikalien und im verwendeten Wasser muss hinreichend gering sein, damit die Ergebnisse der Bestimmung nicht beeinträchtigt werden. Gleichzeitig mit den Untersuchungsproben sollte an jedem Tag, an dem Analysen vorgenommen werden, eine Blindwertprobe gemessen werden, um Kontamination und Einschleppung von Quecksilber in die verwendeten Reagenzien und Geräte zu überwachen.

Es ist Wasser der Qualität 2 nach EN ISO 3696 zu verwenden.

4.1 Salpetersäure (HNO_3), mindestens 65-%ig (Massenanteil) mit einer Dichte $\rho(\text{HNO}_3)$ von etwa 1,4 g/ml.

ANMERKUNG Es ist Salpetersäure zu verwenden, die mit hohem Reinheitsgrad erhältlich ist, oder es ist eine Destillation unterhalb des Siedepunkts (Subboiling-Destillation) vorzunehmen.