

DIN EN 16278



ICS 65.120

**Futtermittel –
Bestimmung von anorganischem Arsen mit
Atomabsorptionsspektrometrie-Hydridtechnik (HD-AAS) nach
Mikrowellen-Extraktion und Trennung durch Festphasenextraktion
(SPE);
Deutsche Fassung EN 16278:2012**

Animal feeding stuffs –

Determination of inorganic arsenic by hydride generation atomic absorption spectrometry (HG-AAS) after microwave extraction and separation by solid phase extraction (SPE);
German version EN 16278:2012

Aliments des animaux –

Dosage de l'arsenic inorganique par spectrométrie d'absorption atomique par génération d'hydrures après extraction par micro-ondes;
Version allemande EN 16278:2012

Gesamtumfang 19 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 16278:2012) 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.

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.

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

ISO 5725-1 siehe DIN ISO 5725-1

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

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

Deutsche Fassung

**Futtermittel — Bestimmung von anorganischem Arsen mit
Atomabsorptionsspektrometrie-Hydridtechnik (HD-AAS) nach
Mikrowellen-Extraktion und Trennung durch
Festphasenextraktion (SPE)**

Animal feeding stuffs — Determination of inorganic arsenic
by hydride generation atomic absorption spectrometry (HG-
AAS) after microwave extraction and separation by solid
phase extraction (SPE)

Aliments des animaux — Dosage de l'arsenic inorganique
par spectrométrie d'absorption atomique par génération
d'hydrures après extraction par micro-ondes

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 Geräte und Ausrüstung	6
6 Durchführung	7
7 Berechnung	10
8 Präzision	10
9 Untersuchungsbericht	11
Anhang A (informativ) Ergebnisse der Vergleichsstudie	12
Anhang B (informativ) Flussdiagramm — Bestimmung von anorganischem Arsen mit Atomabsorptionsspektrometrie-Hydridtechnik (HD-AAS) nach Mikrowellen-Extraktion und Trennung durch Festphasenextraktion (SPE)	13
Literaturhinweise	17

Vorwort

Dieses Dokument (EN 16278:2012) 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 beschreibt ein Verfahren für die Bestimmung von anorganischem Arsen in Futtermitteln marinen Ursprungs mittels Festphasenextraktion (SPE) (en: Solid Phase Extraction) und der Atomabsorptionsspektrometrie-Hydridtechnik (HD-AAS). Das Verfahren wurde in einem Ringversuch erfolgreich mit einem Messbereich von 0,19 mg/kg bis 2,7 mg/kg (HORRAT-Werte < 2 ; der HORRAT-Wert ist der Horwitz-Ratio-Wert) geprüft. Die Bestimmungsgrenze LOQ (en: Limit Of Quantification) des Verfahrens beträgt im Allgemeinen etwa 0,1 mg/kg oder weniger.

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

Anorganisches Arsen besteht aus Arsenit, As(III), und Arsenat, As(V). Die vorliegende Norm beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung von anorganischem Arsen [d. h. die Summe von As(III) und As(V)]. Eine repräsentative Prüfmenge der Probe wird mit verdünnter Salzsäure und Wasserstoffperoxidlösung behandelt, unter Verwendung eines Mikrowellengerätes. Hierbei werden anorganische Arsenspezies extrahiert und As(III) zu As(V) oxidiert. Das anorganische Arsen wird selektiv von anderen Arsenverbindungen mittels Festphasenextraktion (SPE) abgetrennt; die Konzentration des anorganischen Arsens wird mittels HD-AAS im SPE-Elutionsmittel bestimmt. Das gasförmige Hydrid wird mit einem Trägergasstrom in eine erhitzte Messzelle (Küvette) überführt und zersetzt. Da Arsen (III) und Arsen (V) beim Hydridverfahren eine unterschiedliche Empfindlichkeit zeigen, ist es notwendig, Arsen (V) zu Arsen (III) zu reduzieren, um Fehlmessungen zu vermeiden.

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 Arsen in den Reagenzien und im Wasser muss so niedrig sein, dass die Ergebnisse der Bestimmung nicht beeinflusst werden. Sämtliche Reagenzien müssen analysenrein oder von vergleichbarer Reinheit sein, sofern es nicht anders festgelegt ist.

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

4.1 Salzsäure (HCl), Massenanteil von $\geq 30 \%$, mit einer Dichte von etwa $\rho(\text{HCl})$ von $\geq 1,15 \text{ g/ml}$.

ANMERKUNG Es ist nur Salzsäure zu verwenden, die mit hohem Reinheitsgrad erhältlich ist oder die mittels Subboiling-Destillation gereinigt wurde.

4.2 Verdünnte Salzsäure

4.2.1 $c(\text{HCl}) = 0,4 \text{ mol/l}$, als Elutionsmittel für die SPE.

Es sind z. B. 20 ml Salzsäure (4.1) mit Wasser auf 0,5 l aufzufüllen.