

	Futtermittel Bestimmung der Gehalte an Calcium, Kupfer, Eisen, Magnesium, Mangan, Kalium, Natrium und Zink Atomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (ISO 6869:2000) Deutsche Fassung EN ISO 6869:2000	DIN EN ISO 6869
ICS 65.120 Animal feeding stuffs — Determination of the contents of calcium, copper, iron, magnesium, manganese, potassium, sodium and zinc — Method using atomic absorption spectrometry (ISO 6869:2000); German version EN ISO 6869:2000 Aliments des animaux — Détermination des teneurs en calcium, cuivre, fer, magnésium, manganèse, potassium, sodium et zinc — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique (ISO 6869:2000); Version allemande EN ISO 6869:2000 Die Europäische Norm EN ISO 6869:2000 hat den Status einer Deutschen Norm. Nationales Vorwort Diese Europäische Norm fällt in den Zuständigkeitsbereich des Technischen Komitees CEN/TC 327 „Futtermittel — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ (Sekretariat: Niederlande). Die ihr zu Grunde liegende Internationale Norm ISO 6869 ist im ISO/TC 34/SC 10 „Futtermittel“ (Sekretariat: Niederlande) erarbeitet worden. Auf Grund der Ergebnisse des parallelen Abstimmungsverfahrens wurde ISO 6869 als Europäische Norm EN ISO 6869 übernommen. Eine Mitarbeit des DIN im CEN/TC 327 „Futtermittel — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erfolgt nicht. Thematisch zuständig ist der Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL). Für die im Abschnitt 2 zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen: ISO 3696 siehe DIN ISO 3696 Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise DIN ISO 3696, <i>Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen; Identisch mit ISO 3696:1987.</i> Fortsetzung 18 Seiten EN Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.		

— Leerseite —

Deutsche Fassung

Futtermittel

**Bestimmung der Gehalte an Calcium, Kupfer, Eisen,
Magnesium, Mangan, Kalium, Natrium und Zink
Atomabsorptionsspektrometrisches Verfahren
(ISO 6869:2000)**

Animal feeding stuffs — Determination of the contents
of calcium, copper, iron, magnesium, manganese,
potassium, sodium and zinc — Method using atomic
absorption spectrometry (ISO 6869:2000)

Aliments des animaux — Détermination des teneurs
en calcium, cuivre, fer, magnésium, manganèse,
potassium, sodium et zinc — Méthode par spectromé-
trie d'absorption atomique (ISO 6869:2000)

Diese Europäische Norm wurde von CEN am 2000-12-01 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 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, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, der Tschechischen Republik und dem Vereinigten Königreich.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite		Seite
Vorwort	2	8.6 Bestimmung von Kupfer, Eisen, Mangan und Zink	6
1 Anwendungsbereich	2	8.7 Bestimmung von Calcium, Magnesium, Kalium und Natrium	7
2 Normative Verweisungen	3	9 Auswertung	7
3 Prinzip	3	10 Präzision	7
4 Chemikalien und Materialien	3	10.1 Ringversuche	7
5 Geräte	4	10.2 Wiederholpräzision	8
6 Probenahme	5	10.3 Vergleichspräzision	9
7 Vorbereitung der Untersuchungsprobe	5	11 Untersuchungsbericht	9
8 Durchführung	5	Anhang A (informativ)	
8.1 Nachweis der Anwesenheit organischer Bestandteile	5	Ergebnisse von Ringversuchen	9
8.2 Prüfmenge	5	Anhang ZA (normativ)	
8.3 Trockenveraschung	6	Normative Verweisungen auf internatio- nale Publikationen mit ihren entsprechen- den europäischen Publikationen	18
8.4 Zersetzung	6	Literaturhinweise	18
8.5 Blindlösung	6		

Vorwort

Der Text der Internationalen Norm ISO 6869:2000 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 327 „Futtermittel — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NEN geführt wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis 2001-06, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis 2001-06 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, die Tschechische Republik und das Vereinigte Königreich.

Anerkennungsnotiz

Der Text der Internationalen Norm ISO 6869:2000 wurde von CEN als Europäische Norm ohne irgendeine Änderung genehmigt.

ANMERKUNG Die normativen Verweisungen auf Internationale Normen sind im Anhang ZA (normativ) aufgeführt.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren unter Verwendung der Atomabsorptionsspektrometrie fest zur Bestimmung der Gehalte an Calcium (Ca), Kupfer (Cu), Eisen (Fe), Magnesium (Mg), Mangan (Mn), Kalium (K), Natrium (Na) und Zink (Zn) in Futtermitteln.

Das Verfahren ist anwendbar auf alle Futtermittel.

Für die entsprechenden Elemente gibt es folgende Bestimmungsgrenzen:

K und Na: 500 mg/kg;

Ca und Mg: 50 mg/kg;

Cu, Fe, Mn und Zn: 5 mg/kg.

2 Normative Verweisungen

Diese Europäische Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Europäischen Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

ISO 3696:1987, *Water for analytical laboratory use — Specification and test*.

ISO 6498:1998, *Animal feeding stuffs — Preparation of test samples*.

3 Prinzip

Lösen einer Prüfmenge in Salzsäure, falls erforderlich nach dem Veraschen in einem Muffelofen bei $(550 \pm 10)^\circ\text{C}$. Entfernen aller vorhandenen Siliciumdioxidbestandteile durch Ausfällen und Filtrieren. Lösen des Präzipitates in Salzsäure und entsprechendes Verdünnen auf das gewünschte Volumen, anschließend Einsprühen in die Luft-Acetylen-Flamme des Atomabsorptionsspektrometers.

Die Extinktion jedes Elementes wird im Vergleich mit der Extinktion der Kalibrierlösungen für dasselbe Element gemessen.

4 Chemikalien und Materialien

Es sind Chemikalien mit anerkannter Analysenreinheit zu verwenden.

4.1 Wasser, das mindestens dem Reinheitsgrad 3 von ISO 3696 entspricht.

4.2 Konzentrierte Salzsäure, $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$ ($\rho = 1,19 \text{ g/ml}$).

4.3 Salzsäure, $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/l}$.

4.4 Verdünnte Salzsäure, $c(\text{HCl}) = 0,6 \text{ mol/l}$.

4.5 Lanthannitratlösung

133 g $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ werden in einem Liter Wasser (4.1) gelöst.

Es kann ein anderes Lanthansalz verwendet werden, wenn der Lanthangehalt der hergestellten Lösung der gleiche ist.

4.6 Caesiumchloridlösung

100 g CsCl werden in einem Liter Wasser (4.1) gelöst.

Es kann ein anderes Cäsiumsalz verwendet werden, wenn der Caesiumgehalt der hergestellten Lösung der gleiche ist.

4.7 Stammlösung von Cu, Fe, Mn und Zn

100 ml Wasser (4.1) und 125 ml konzentrierte Salzsäure (4.2) werden in einem 1-l-Messkolben gemischt.

Es werden ausgewogen:

- 392,9 mg Kupfer(II)-sulfat-Pentahydrat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$);
- 702,2 mg Ammonium-Eisen(II)-sulfat-Hexahydrat ($(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$);
- 307,7 mg Mangansulfat-Monohydrat ($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$);
- 439,8 mg Zinksulfat-Heptahydrat ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$).

Die ausgewogenen Salze werden in den Messkolben gebracht und in Wasser (4.1) gelöst. Es wird mit Wasser bis zur Eichmarke aufgefüllt.

Die Gehalte an Cu, Fe, Mn und Zn in dieser Stammlösung sind jeweils 100 µg/ml.

ANMERKUNG Es können auch handelsübliche fertige Lösungen verwendet werden.

4.8 Standardlösung von Cu, Fe, Mn und Zn

In einem 100-ml-Messkolben werden 20,0 ml der Stammlösung (4.7) mit Wasser (4.1) aufgefüllt.

Die Gehalte an Cu, Fe, Mn und Zn dieser Lösung sind jeweils 20 µg/ml.

Die Lösung ist an dem Tag, an dem sie gebraucht wird, frisch herzustellen.

4.9 Stammlösung von Ca, K, Mg und Na

Es werden ausgewogen:

- 1,907 g Kaliumchlorid (KCl);
- 2,028 g Magnesiumsulfat-Heptahydrat ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$);
- 2,542 g Natriumchlorid (NaCl).

Die ausgewogenen Salze werden in einen 1-l-Messkolben gebracht.

50 ml Salzsäure (4.3) werden in ein Becherglas gebracht. In das Becherglas werden 2,497 g Calciumcarbonat (CaCO_3) eingewogen.

HINWEIS Die Entwicklung von Kohlendioxid ist zu beachten!

Die Lösung wird 5 min auf einer elektrischen Heizplatte (5.4) gekocht. Nach dem Abkühlen wird die Lösung in einen Messkolben mit den ausgewogenen Salzen von K, Mg und Na gebracht. Die Salze werden gelöst, und es wird mit verdünnter Salzsäure (4.4) bis zur Eichmarke aufgefüllt.

Die Gehalte an Ca, K und Na dieser Lösung betragen jeweils 1 mg/ml; der Mg-Gehalt der Lösung ist 200 µg/ml.

ANMERKUNG Es können auch handelsübliche fertige Lösungen verwendet werden.

4.10 Standardlösung von Ca, K, Mg und Na

25,0 ml der Stammlösung (4.9) werden mit verdünnter Salzsäure (4.4) in einem Messkolben auf 250 ml aufgefüllt.

Die Gehalte an Ca, K und Na dieser Lösung sind jeweils 100 µg/ml; der Mg-Gehalt der Lösung ist 20 µg/ml.

Die Lösung ist in der Woche, in der sie verwendet wird, frisch herzustellen und in einer Polyethylenflasche aufzubewahren.

4.11 Lanthan-Caesium-Blindlösung

5 ml der Lanthannitratlösung (4.5), 5 ml der Caesiumchloridlösung (4.6) und 5 ml Salzsäure (4.3) werden in einen 100-ml-Messkolben überführt. Es wird Wasser bis zur Eichmarke aufgefüllt.

5 Geräte

Alle Messgeräte, einschließlich der für die Herstellung der Kalibrierlösungen verwendeten Pipetten, sind vor dem Gebrauch mit verdünnter Salzsäure (4.4) zu spülen.

Wenn für die Veraschung bestimmte Tiegel und Glasgeräte verwendet werden, ist es nicht notwendig, diese jedes Mal vor Benutzung mit Salzsäure auszukochen.

Übliche Laborgeräte und die folgenden.

5.1 Analysenwaage, Messabweichung 0,1 mg.