

DIN EN 17050

ICS 65.120

Einsprüche bis 2016-12-14

Entwurf

**Futtermittel –
Probenahme- und Untersuchungsverfahren –
Bestimmung von Iod in Futtermitteln mittels Anionenaustausch ICP-MS;
Deutsche und Englische Fassung prEN 17050:2016**

Animal feeding stuffs –
Methods of sampling and analysis –
Determination of iodine in animal feed by anion-exchange ICP-MS;
German and English version prEN 17050:2016

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2016-10-14 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nal@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL), 10772 Berlin, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 30 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17050:2016) wurde von der Arbeitsgruppe 4 „Schwermetalle, Spurenelemente und Mineralien“ (Sekretariat: NEN, Niederlande) des Technischen Komitees CEN/TC 327 „Futtermittel — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird, unter Beteiligung deutscher Experten erarbeitet.

Für die deutsche Mitarbeit ist der Arbeitsausschuss NA 057-03-03 AA „Futtermittel“, (Spiegelausschuss zu CEN/TC 327) im DIN-Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) verantwortlich.

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der prEN 17050 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Futtermittel — Probenahme- und Untersuchungsverfahren — Bestimmung von Iod in Futtermitteln mittels Anionenaustausch ICP-MS

Animal feeding stuffs — Methods of sampling and analysis — Determination of iodine in animal feed by anion-exchange ICP-MS

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm

Dokument-Untertyp:

Dokument-Phase: CEN-Umfrage

Dokument-Sprache: D

STD Version 2.8f

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung	4
4 Reagenzien	4
4.1 Allgemeines	4
4.2 Tetramethylammoniumhydroxid (TMAH $(\text{CH}_3)_4\text{N}^+\text{OH}^-$)-Lösung	5
4.3 Verdünnte Tetramethylammoniumhydroxid (TMAH)-Lösung	5
4.4 Stammlösungen	5
4.5 Standardlösungen	5
4.6 Iod-Kalibrierlösungen	5
4.7 Nullwertlösung	6
5 Geräte und Ausrüstung	6
5.1 Allgemeines	6
5.2 Gefäße	6
5.3 Kunststoffspritzen	6
5.4 Ultrazentrifuge	7
5.5 Membranfilter	7
5.6 Trockenschrank	7
5.7 Massenspektrometer mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS)	7
5.8 Röhrchen	7
6 Probenahme	7
6.1 Allgemeines	7
6.2 Probenahmeverfahren	7
7 Durchführung	7
7.1 Probenvorbereitung	7
7.2 Extraktion des Iods	8
7.3 Herstellung der Proben- und Blindwertmesslösungen	8
7.4 Bestimmung von Iod mit der ICP-MS	8
8 Berechnung	9
9 Bestimmungsgrenze (LOQ)	10
10 Präzision	10
10.1 Ringversuch	10
10.2 Wiederholpräzision	10
10.3 Vergleichpräzision	10
11 Untersuchungsbericht	10
Anhang A (informativ) Ergebnisse des Ringversuchs	11
Literaturhinweise	14

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17050:2016) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 327 „Futtermittel – Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

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

WARNUNG — Das in dieser Norm beschriebene Verfahren ist mit der Verwendung von Reagenzien verbunden, die eine Gesundheitsgefährdung darstellen. Die Norm erhebt nicht den Anspruch, alle verbundenen Sicherheitsprobleme anzuführen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Norm, vor Anwendung des Standards angemessene Vorkehrungen für den Gesundheitsschutz der Mitarbeiter zu ergreifen und sicherzustellen, dass Vorschriften und gesetzliche Anforderungen eingehalten werden.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung von Iod in Futtermitteln mit der Massenspektrometrie und induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) nach dessen Extraktion mit einer alkalischen Lösung fest.

Dieses Verfahren wurde im Bereich von 0,70 mg/kg bis 631 mg/kg in folgenden Futtermitteln angewendet: Seealgenmehl, Mineralstoffvormischung, Fischmehl, pflanzlicher Wirkstoff, Mischfutter aus Meerestieren und eine synthetische Iodlösung.

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 15111, *Lebensmittel — Bestimmung von Elementspuren — Bestimmung von Iod mit der ICP-MS (Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma)*

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

Diese Norm beschreibt ein Bestimmungsverfahren von Iod in Futtermitteln. Eine maßgebliche Prüfmenge der Probe wird mit einer stark alkalischen Tetramethylammoniumhydroxid (TMAH)-Lösung behandelt und für drei Stunden einer Temperatur von 90 °C ausgesetzt. Dabei wird Iod aus der Lösung extrahiert und mithilfe der Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) bestimmt.

Die Grundsätze des Verfahrens sind die gleichen wie die nach EN 15111 angewendeten Grundsätze.

WARNUNG — Das in dieser Norm beschriebene Verfahren ist mit der Verwendung von Reagenzien verbunden, die eine Gesundheitsgefährdung darstellen. Die Norm erhebt nicht den Anspruch, alle verbundenen Sicherheitsprobleme anzuführen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Norm, vor Anwendung der Norm angemessene Vorkehrungen für den Gesundheitsschutz der Mitarbeiter zu ergreifen und sicherzustellen, dass Vorschriften und gesetzliche Anforderungen eingehalten werden.

4 Reagenzien

Es sind nur Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit und Wasser gemäß Qualität 2 nach ISO 3696 zu verwenden.

4.1 Allgemeines

Die Iodkonzentration in den Reagenzien und im verwendeten Wasser muss gering genug sein, um das Untersuchungsergebnis nicht zu beeinflussen.

ANMERKUNG Von Tetramethylammoniumhydroxid (TMAH) sind unterschiedliche Qualitäten erhältlich. Es ist wichtig zu prüfen, dass der Iodgehalt ausreichend gering ist und die Untersuchung nicht beeinflusst.

4.2 Tetramethylammoniumhydroxid (TMAH (CH₃)₄N⁺OH⁻)-Lösung

Eine Massenkonzentration $\rho = 250 \text{ g/l}$, (Massenanteil $w = 25 \%$), wird verwendet; geeignet zur Spurenanalyse, mit einem Iodgehalt von weniger als $1 \mu\text{g/l}$.

4.3 Verdünnte Tetramethylammoniumhydroxid (TMAH)-Lösung

TMAH wird als verdünnte Lösung zur Herstellung der Nullwertlösung und der Kalibrierlösung eingesetzt, die hierzu notwendige Konzentration muss derjenigen in der Probenlösung (siehe 7.3) entsprechen. Um eine 0,5%ige TMAH-Lösung herzustellen, wird 1,0 ml TMAH-Lösung (4.2) mit Wasser auf 50 ml aufgefüllt.

4.4 Stammlösungen

4.4.1 Allgemeines

Handelsübliche Stammlösungen von Iod und Tellur werden empfohlen. Alternativ dürfen die nachstehend beschriebenen Lösungen verwendet werden.

4.4.2 Iod-Stammlösung (KIO₃); $\rho = 1\,000 \text{ mg/l}$, Reinheit: Massenanteil $w > 99,5 \%$

1,686 4 g Kaliumiodat werden in Wasser gelöst und auf 1 000 ml mit Wasser aufgefüllt.

4.4.3 Tellur-Stammlösung, $\rho = 1\,000 \text{ mg/l}$

1,250 8 g Tellurdioxid (TeO₂) werden in Salzsäure (HCl) (Stoffmengenkonzentration $c = 4 \text{ mol/l}$) gelöst und auf 1 000 ml mit Wasser aufgefüllt.

4.5 Standardlösungen

4.5.1 Iod-Standardlösung, $\rho = 10 \text{ mg/l}$

1 ml der Iod-Stammlösung (4.4.2) wird in einen 100 ml-Messkolben pipettiert und mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt. Diese Lösung ist etwa vier Wochen haltbar und dient zur Herstellung der Kalibrierlösungen in 4.6.

4.5.2 Tellur-Standardlösung (innerer Standard)

Zur Herstellung einer Tellur-Standardlösung mit einer Massenkonzentration von beispielsweise 10 mg/l wird 1 ml der Tellur-Stammlösung (4.4.3) in einen 100 ml-Messkolben pipettiert und mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt. Diese Lösung ist etwa vier Wochen haltbar.

Für die Iodbestimmung ist Tellur als innerer Standard erprobt. Dieses Element liegt in einem vergleichbaren Massenbereich und hat eine dem Iod ähnliche Ionisierungsenergie. Der ursprüngliche Tellurgehalt in der zu untersuchenden Probe muss vernachlässigbar klein sein. Sollte dies nicht der Fall sein, ist ein anderer geeigneter Standard zu verwenden (z. B. Rh).

4.6 Iod-Kalibrierlösungen

4.6.1 Allgemeines

Die im Folgenden angegebenen Konzentrationen der Kalibrierlösungen sind beispielhaft und dürfen entsprechend der Geräteempfindlichkeit und dem zu überdeckenden Konzentrationsbereich für die betreffende Analyse geändert werden. Der lineare Bereich des Detektorsystems sollte nicht überschritten werden.

Es ist darauf zu achten, dass die Konzentration des inneren Standards, der zur Kalibrierlösung gegeben wird, hoch genug sein muss, damit eine stabile Zählrate des Detektors erreicht wird. Die Kalibrier-, Nullwert- und

Messlösungen müssen die gleiche Menge an innerem Standard enthalten. Der innere Standard darf im Zuge der Analyse hinzugefügt werden. Die TMAH-Konzentrationen in den Kalibrierlösungen müssen annähernd der jeweiligen TMAH-Konzentration in der Messlösung entsprechen. Die Kalibrierlösungen müssen täglich frisch angesetzt werden.

4.6.2 Kalibrierlösung 1, $\rho = 5 \mu\text{g/l}$

Etwa 30 ml verdünnte TMAH-Lösung (4.3) werden in einen 50 ml-Messkolben gefüllt. 2,5 ml Tellur-Standardlösung (4.5.2) werden dazu pipettiert. Der Inhalt wird gemischt, mit 25 μl Iod-Standardlösung (4.5.1) versetzt und mit verdünnter TMAH-Lösung (4.3) aufgefüllt.

4.6.3 Kalibrierlösung 2, $\rho = 20 \mu\text{g/l}$

Etwa 30 ml verdünnte TMAH-Lösung (4.3) werden in einen 50 ml-Messkolben gefüllt. 2,5 ml Tellur-Standardlösung (4.5.2) werden dazu pipettiert. Der Inhalt wird gemischt, mit 100 μl Iod-Standardlösung (4.5.1) versetzt und mit verdünnter TMAH-Lösung (4.3) aufgefüllt.

4.6.4 Kalibrierlösung 3, $\rho = 50 \mu\text{g/l}$

Etwa 30 ml verdünnte TMAH-Lösung (4.3) werden in einen 50 ml-Messkolben gefüllt. 2,5 ml Tellur-Standardlösung (4.5.2) werden dazu pipettiert. Der Inhalt wird gemischt, mit 250 μl Iod-Standardlösung (4.5.1) versetzt und mit verdünnter TMAH-Lösung (4.3) aufgefüllt.

4.7 Nullwertlösung

Die Nullwertlösung enthält Wasser und die gleiche Menge an TMAH und innerem Standard wie die Probenmesslösung. Etwa 30 ml verdünnte TMAH-Lösung (4.3) werden in einen 50 ml-Messkolben gefüllt. Mit 2,5 ml Tellur-Standardlösung (4.5.2) in den Messkolben pipettiert werden und der Inhalt wird gemischt und mit verdünnter TMAH-Lösung (4.3) aufgefüllt.

5 Geräte und Ausrüstung

5.1 Allgemeines

Alle Geräte, die direkt mit der Probe und den eingesetzten Lösungen in Berührung kommen, müssen zur Minimierung des Blindwertes sorgfältig mit einer verdünnten TMAH-Lösung (z. B. nach 4.3) vorbehandelt werden. Anschließend wird mit Wasser nachgespült.

5.2 Gefäße

Quarz- oder Glasgefäße müssen gasdicht verschließbar sein, Nennvolumen 30 ml bis 100 ml, z. B. 100 ml-Erlenmeyerkolben mit Kunststoff-Schraubverschluss und PTFE-beschichteter Gummidichtung.

Alternativ können auch gasdicht verschließbare Kunststoffgefäße mit einer Temperaturbeständigkeit von mindestens 110 °C (z. B. aus Polypropylen, Polyethylen hoher Dichte oder aus Polyfluorkunststoffen (wie z. B. PFA)) eingesetzt werden.

ANMERKUNG Bei mehrfacher Verwendung von Kunststoffgefäßen besteht die Gefahr von erhöhten Blindwerten, insbesondere, wenn Proben mit erhöhten Iodgehalten darin extrahiert werden.

5.3 Kunststoffspritzen

Kunststoffspritzen, Nennvolumen 5 ml bis 25 ml, vorzugsweise mit einem bajonettartigen Anschluss (z. B. Luer-Lock).

5.4 Ultrazentrifuge

Als Alternative zu 5.5 darf eine Ultrazentrifuge verwendet werden, mit einer Beschleunigung von mindestens 10 000 g und ausgestattet mit geeigneten Rotoren oder Adaptern zur Aufnahme von gasdicht verschließbaren Gefäßen.

5.5 Membranfilter

Membranfilter sollten als Einweg-Spritzenvorsatz verwendet werden.

- Membranfilter, Porenweite 5 µm, mit geeignetem Anschluss an die Spritzen in 5.3, nicht erforderlich bei Verwendung der Ultrazentrifuge (5.4);
- Membranfilter, Porenweite 0,45 µm oder weniger, mit geeignetem Anschluss an die Spritzen (5.3). Membranfilter mit eingebauten Vorfiltern dürfen ebenso verwendet werden.

ANMERKUNG Je nach Filterhersteller und Chargennummer können einige Membranfilter Iod enthalten und somit zum Blindwert beitragen. Einige Probenmatrizes setzen das Filter teilweise zu und erschweren das Filtrieren. Ein Filter wird verwendet, der für den Probentyp geeignet ist, d. h. die Verwendung hydrophober Filter (z. B. PVDF-Filter) für Proben mit einem hohen Fettgehalt.

5.6 Trockenschrank

Der Trockenschrank muss auf Temperaturen von (90 ± 3) °C einstellbar sein.

5.7 Massenspektrometer mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS)

5.8 Röhrchen

Die Röhrchen müssen zum Probenahmeautomaten passen, um die Kalibrierlösungen und Probenmesslösungen aufzunehmen.

6 Probenahme

6.1 Allgemeines

Die Probenahme und Vorbereitung der Untersuchungsprobe sind nicht Teil dieses Verfahrens. Ein empfohlene Verfahren zur Probenahme und Probenvorbereitung ist in EN ISO 6497 und in EN ISO 6498 angegeben.

6.2 Probenahmeverfahren

Die Probe ist vom Zeitpunkt ihrer Entnahme bis zur Untersuchung so zu lagern, dass keine Veränderung im Iodgehalt eintritt. Die Probe muss in einem dicht verschließbaren, sauberen Gefäß oder im Originalgefäß aufbewahrt und kühl gelagert werden. Längerer Luftkontakt und Lichteinfluss sind zu vermeiden.

7 Durchführung

7.1 Probenvorbereitung

Die Probe wird mit geeigneten Hilfsmitteln homogenisiert, wobei eine übermäßige Erwärmung zu vermeiden ist. Die Teilchengröße von nicht löslichen trockenen Proben sollte weniger als 0,3 mm betragen.