

Stofnaam	Fluor
Type methode	zie blz. 2
Te onderzoeken in	<p>Diervoeders en diervoedergrondstoffen</p> <p>N.b. deze methode is niet geschikt voor de bepaling van fluor in minerale grondstoffen.</p> <p>De bepaling dient in een zuur milieu plaats te vinden.</p>
Minimum bepaalbaarheidsgrens	20 mg/kg
Herhaalbaarheid	88 mg/kg op een niveau van 463 mg/kg (95% betrouwbaarheidsinterval, k=2)
Reproduceerbaarheid	141 mg/kg op een niveau van 463 mg/kg (95% betrouwbaarheidsinterval, k=2)
Titel	Bepaling van het gehalte in fluor. Labco WVS-022.DOC versie 6 juli 2004

1. Definitie

Bepaling van het gehalte aan fluor.

2. Toepassingsgebied

De methode is van toepassing op diervoeder(grondstoffen).

3. Principe

Het fluorgehalte wordt, na extractie met zoutzuur en onteiwitten met Carrez, vastgesteld met behulp van een ionselectieve elektrode.

4. Reagentia en benodigdheden

Alle reagentia en oplosmiddelen moeten van analysekwaliteit zijn, tenzij anders vermeld.

R1 Standaard:
 Titrisol fluoride: na aanvullen tot 1 liter 1000 mg/l

R2 1M Zoutzuur:
 Zoutzuur 132,3 ml (R12)
 Demiwater tot 10000 ml
 Houdbaarheid: □ jaar bij kamertemperatuur

R3 3M Natriumacetaat:
 Los 408 g natriumacetaat (R13) op in 900 ml water.
 Stel de pH in op 7,00 ± 0,10 met azijnzuur (R10) en vul aan tot 1000 ml.
 Houdbaarheid: 3 maanden bij kamertemperatuur.

R4 Natriumcitraat 1,32 M:
 Los 222 g natriumcitraat (R14) op in 250 ml water.
 Voeg 28 ml perchloorzuur (R7) toe en vul aan tot 1000 ml.
 Houdbaarheid: 3 maanden bij kamertemperatuur.

R5 Klaringsoplossing I (volgens Carrez):
 Kaliumhexacyanoferraat II 265 g (R11)
 Demiwater tot 2500 ml
 Houdbaarheid: 3 maanden bij kamertemperatuur.

R6 Klaringsoplossing II (volgens Carrez):
 Zinkacetaat 547,5 g (R9)
 Azijnzuur 97% 75 ml (R10)
 Demiwater tot 2500 ml
 Houdbaarheid: 3 maanden bij kamertemperatuur.

R7 Perchloorzuur 70-72%

- R8 Tisab III (total ionic strength adjustment buffer solution; bv. Merck art. 1.16770, of gelijkwaardig)
- R9 Zinkacetaatdihydraat $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
- R10 IJszijn 97%, CH_3COOH
- R11 Kaliumhexacyanoferraattrihydraat $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$
- R12 Zoutzuur 24%
- R13 Natriumacetaattrihydraat
- R14 Natriumcitraatdihydraat

5. Toestellen en hulpmiddelen

- T1 Maatkolf 500 ml kunststof
- T2 Roerapparaat/schudapparaat
- T3 Ionenmeter Orion met:
- een ionselectieve elektrode voor fluor
- referentie elektrode
- T4 Micropipetten 1 ml en 5 ml
- T5 pH meter
- T6 Bekerglaasje 100 ml kunststof met roervlo
- T7 Pipet 25 ml
- T8 Bekerglas 600 ml kunststof
- T9 Trechter kunststof
- T10 Vouwfilter S&S 595 1/2

6. Monstervoorbehandeling

Volgens ter plaatse geldende standaardprocedures

7. Werkwijze

7.1 Kwaliteitscontrole

Bij elke serie wordt een controlemonster meegenomen

7.2 Inweeg/extractie

Voer de analyse in duplo uit.

Weeg een hoeveelheid monstermateriaal af in een maatkolf (T1) van 500 ml overeenkomend met $\pm 1000 \mu\text{g}$ fluor (per 500 ml).

Voeg 50 ml zoutzuur 1M toe en roer 60 minuten (R2, T2). Voeg 125 ml natriumacetaatoplossing (R3) en 125 ml natriumcitraatoplossing (R4) toe en meng. Voeg 5 ml Carrez I (R5) toe en schud krachtig. Voeg hierna 5 ml Carrez II (R6) toe en schud nogmaals krachtig. Vul aan tot de streep, meng en filtreer het monster (T8, T9, T10).

Pipetteer 25 ml in een 100 ml bekersglasje (T6, T7) en voeg 2,5 ml Tisab (R8) toe (pH = $5,4 \pm 0,2$).

Stel de concentratie fluor door middel van de standaardadditie-methode (R1) vast met een ionenmeter voorzien van een fluoride-elektrode (T3, T4 en T5).

8. Berekening

$$F = \frac{c \times V}{g}$$

waarbij,

F = Fluor gehalte, in mg/kg;

c = Concentratie fluor aanwezig in de gemeten hoeveelheid monster, in $\mu\text{g/ml}$;

V = Omrekeningsfactor voor de gebruikte verdunning en hoeveelheid in bewerking genomen monster;

g = Inweeg monster, in g.

9. Rapportage

De rapportage van de uitslag is als volgt:

Voor een gehalte minder dan de bepaalbaarheidsgrens:

Fluor: minder dan 20 mg/kg

Voor een gehalte gelijk of groter dan de bepaalbaarheidsgrens:

Fluor: xxxx mg/kg

10. Karakteristieken

Aantoonbaarheidsgrens:
10 mg/kg

Bepaalbaarheidsgrens:
20 mg/kg

Herhaalbaarheid:
88 mg/kg op een niveau van 463 mg/kg (95% betrouwbaarheidsinterval, k=2)

Reproduceerbaarheid (binnen laboratorium):
141 mg/kg op een niveau van 463 mg/kg (95% betrouwbaarheidsinterval, k=2)

11. Kwaliteitscontrole

De "slope" van de meting moet tussen de 60 en 65 liggen.

12. Literatuur

AOAC Official Methods of Analyses 975.08. 15th edition 1990.
Fluorine in Animal Feed.