

Stofnaam	IJzer-Fe
Type methode	AAS
Te onderzoeken in	Mengvoeders uitgezonderd mineralenmengsels; diervoedergrondstoffen en enkelvoudige diervoeders uitgezonderd minerale grondstoffen / minerale enkelvoudige diervoeders
Minimum bepaal- baarheidsgrens	20 mg/kg
Herhaalbaarheid	5 mg/kg bij < 50 mg/kg 10 % van hoogste resultaat bij 50 t/m 100 mg/kg 10 mg/kg bij 100 t/m 200 mg/kg 5 % van hoogste resultaat bij > 200 mg/kg
Reproduceerbaarheid	34 % bij 200 - 10.000 mg/kg
Categorie	A
Titel	Bepaling van de sporenelementen ijzer, koper, mangaan en zink. Achtste richtlijn van de Commissie van 15 juni 1978 houdende vaststelling van gemeenschappelijke analysemethoden voor de officiële controle van diervoeders (78/633/EEG). Publicatieblad van de EG 29-7-1978; Nr L 206/51-55

## BEPALING VAN DE SPOREELEMENTEN IJZER, KOPER, MANGAAN EN ZINK

### 1. Doel en toepassingsgebied

Met deze methode kunnen de sporenelementen ijzer, koper, mangaan en zink in veevoeder worden bepaald. De ondergrenzen van de bepalingen zijn:

ijzer (Fe)	20 mg/kg
koper (Cu)	10 mg/kg
mangaan (Mn)	20 mg/kg
zink (Zn)	20 mg/kg

### 2. Principe

Het monster wordt, na destructie van eventueel aanwezig organisch materiaal, in zoutzuur opgelost. De elementen ijzer, koper, mangaan en zink worden na gepaste verdunning bepaald door middel van atoomabsorptiespectrometrie.

### 3. Reagentia

Inleiding

Voor de bereiding van reagentia en analyse-oplossingen dient water te worden genomen waarin de te bepalen kationen niet voorkomen; dit kan worden bereid door het water tweemaal te destilleren in een destilleerapparaat van boorsili-caatglas of kwarts, dan wel door het tweemaal te zuiveren met behulp van ionenwisselaars.

De zuiveringsgraad van reagentia dient ten minste p.a. te zijn. De afwezigheid van het te bepalen element moet worden gecontroleerd door een blanco bepaling. Zo nodig moeten de reagentia nog verder worden gezuiverd.

In plaats van de hieronder beschreven standaardoplossingen kunnen in de handel verkrijgbare standaardoplossingen worden gebruikt, waarvan de zuiverheid is gegarandeerd, en vóór gebruik gecontroleerd.

- 3.1 Zoutzuur p.a., d: 1,19.
- 3.2 Zoutzuur p.a., 6 N.
- 3.3 Zoutzuur p.a., 0,5 N.
- 3.4 Fluorwaterstofzuur, 38-40% (v/v), met een ijzergehalte van minder dan 1 mg/l en een indamprest (uitgedrukt als sulfaat) van minder dan 10 mg/l.
- 3.5 Zwavelzuur p.a., d: 1,84.
- 3.6 Waterstofperoxyde p.a., ongeveer 100 vol, zuurstof (30 gew. %).
- 3.7 Standaardijzeroplossing (1000 µg Fe/ml), als volgt bereid: los 1 g ijzerdraad p.a. op in

200 ml zoutzuur 6 N (3.2), voeg 16 ml waterstofperoxyde (3.6) toe en vul aan met water tot 1 l.

3.7.1 Verdunde standaardijzeroplossing van ijzer (100 µg Fe/ml), bereid door de standaardoplossing (3.7) 1 + 9 met water te verdunnen.

3.8 Standaardkoperoplossing (1.000 µg Cu/ml), als volgt bereid: los 1 g koperpoeder p.a. op in 25 ml zoutzuur 6 N (3.2), voeg 5 ml waterstofperoxyde (3.6) toe en vul aan met water tot 1 l.

3.8.1 Verdunde standaardkoperoplossing (10 µg Cu/ml), bereid door de standaardoplossing (3.8) 1 + 9 met water te verdunnen en de aldus bereide oplossing wederom 1 + 9 met water te verdunnen.

3.9 Standaardmangaanoplossing (1.000 µg Mn/ml), als volgt bereid: los 1 g mangaanpoeder p.a. op in 25 ml zoutzuur 6 N (3.2) en vul aan met water tot 1 l.

3.9.1 Verdunde standaardmangaanoplossing (10 µg Mn/ml), bereid door de standaardoplossing (3.9) 1 + 9 met water te verdunnen en de aldus bereide oplossing wederom 1 + 9 met water te verdunnen.

3.10 Standaardzinkoplossing (1.000 µg Zn/ml), als volgt bereid: los 1 g zinkband of bladzink p.a. op in 25 ml zoutzuur 6 N (3.2) en vul aan met water tot 1 l.

3.10.1 Verdunde standaardzinkoplossing (10 µg Zn/ml), bereid door de standaardoplossing (3.10) 1 + 9 met water te verdunnen en de aldus bereide oplossing wederom 1 + 9 met water te verdunnen.

3.11 Lanthaanchloride-oplossing, bereid als volgt: los 12 g lanthaanoxyde op in 150 ml water, voeg 100 ml zoutzuur 6 N (3.2) toe en vul aan met water tot 1 l.

#### **4. Apparatuur**

4.1 Moffeloven met temperatuurregelaar en pyrometer.

4.2 Glaswerk van resistent boorsilicaat. Aanbevolen wordt materiaal te gebruiken dat uitsluitend voor de bepaling van spore-elementen wordt aangewend.

4.3 Platinaschaal of eventueel een kwartsschaal.

4.4 Atoomabsorptiespectrofotometer die qua gevoeligheid en nauwkeurigheid in het betreffende meetgebied voldoet aan de eisen die in verband met de methode worden gesteld.

## 5. Uitvoering

### 5.1 Monsters met organisch materiaal

#### 5.1.1 Verassen en bereiden van de oplossing voor de analyse (\*)

- (i) Breng een tot op 0,2 mg nauwkeurig afgewogen hoeveelheid monster van 5 tot 10 g in een schaal van kwarts of platina (4.3) (zie opm. b), droog in de droogstof bij 105°C en plaats de schaal in de koude moffeloven (4.1). Sluit de oven (zie opm. c) en breng de temperatuur in ongeveer 90 minuten geleidelijk op 450-475°C. Handhaaf deze temperatuur gedurende 4-16 uur (bij voorbeeld gedurende de nacht ten einde kooldeeltjes te verwijderen; open vervolgens de moffeloven en laat afkoelen (zie opm. d).

Bevochtig de inhoud van de schaal met water en breng deze over in een bekersglas van 250 ml. Spoel de schaal uit met in totaal ongeveer 5 ml zoutzuur (3.1) en voeg dit langzaam en voorzichtig toe aan de inhoud van het bekersglas (de reactie kan hevig zijn doordat er CO<sub>2</sub> ontstaat). Voeg onder roeren druppelsgewijs meer zoutzuur (3.1) toe tot het bruisen ophoudt. Damp in tot droog onder nu en dan roeren met een glazen staaf.

Voeg vervolgens bij het residu 15 ml zoutzuur 6 N (3.2) toe en daarna ongeveer 120 ml water. Roer met de glazen staaf, die in het bekersglas blijft en dek het bekersglas af met een horlogeglas. Breng de inhoud zachtjes aan de kook en houd aan de kook tot er geen as meer zichtbaar in de oplossing gaat. Filtreer over asvrij filtreerpapier en vang het filtraat op in een maatkolf van 250 ml. Was het bekersglas en het filtreerpapier uit met 5 ml heet zoutzuur 6 N (3.2) en tweemaal met kokend water. Koel af en vul aan met water tot de maatstreep (de zoutzuurconcentratie is dan ongeveer 0,5 N).

- (ii) Indien het residu op het filtreerpapier zwart is (koolstof) breng het dan opnieuw in de moffeloven en veras weer bij 450-475°C. Deze verrassing, die slechts enkele uren duurt (ongeveer 3-5 uur), is beëindigd zodra de as wit of bijna wit lijkt. Los het residu op met ongeveer 2ml zoutzuur (3.1), damp in tot droog en voeg 5 ml zoutzuur 6 N (3.2) toe. Verwarm de oplossing en filtreer deze in de maatkolf; koel af en vul aan met water tot de maatstreep. De zoutzuurconcentratie is dan ongeveer 0,5 N.

---

\* groenvoer (vers of gedroogd) bevat soms grote hoeveelheden organisch kiezelzuur dat moet worden verwijderd omdat deze sporeëlementen kan vasthouden. Bij monsters van dergelijke voedermiddelen dient derhalve de volgende gewijzigde procedure te worden toegepast.

Ga te werk als in 5.1.1 (i) tot en met de filtratie. Was het filtreerpapier met het oplosbare residu tweemaal uit met kokend water en breng het in een platinaschaal (4.3). Veras in de moffeloven (4.1) bij een temperatuur van ten hoogste 550°C tot alle koolstofhoudend materiaal is verdwenen. Voeg na afkoelen enige druppels water toe en dan 10 tot 15 ml fluorwaterstofzuur (3.4). Damp in tot droog bij ongeveer 150°C. Indien het residu nog steeds enig kiezelzuur bevat, los het dan opnieuw op in enkele ml fluorwaterstofzuur (3.4) en damp in tot droog. Voeg 5 druppels zwavelzuur (3.5) toe en verwarm tot er geen witte damp meer ontstaat. Voeg

vervolgens 5 ml zoutzuur 6 N (3.2) en ongeveer 30 ml water toe, verwarm en filtreer de oplossing in een maatkolf van 250 ml; koel af en vul aan met water tot de maatstreep. De zoutzuurconcentratie is dan ongeveer 0,5 N. Handel dan verder als beschreven in 5.1.3.

#### Opmerkingen

- a. Bij de bepaling van spore-elementen dient men bedacht te zijn op het gevaar van contaminatie, vooral door zink, koper en ijzer. Daarom mogen deze metalen niet voorkomen in het materiaal dat voor de bereiding van de monsters wordt gebruikt.

Ter beperking van het algemene besmettingsrisico dient te worden gewerkt in een stofvrije atmosfeer met uiterst schone apparatuur en zorgvuldig gewassen glaswerk. Vooral de zinkbepaling is gevoelig voor verschillende soorten besmetting, b.v. door glaswerk, reagentia, stof, enz.

- b. Het gewicht van het te verassen monster wordt berekend op grond van het te verwachten gehalte aan spore-elementen in het veevoer, rekening houdende met de gevoeligheid van de te gebruiken spectrofotometer. Bij sommige voedermiddelen met een zeer laag gehalte aan spore-elementen kan het wellicht noodzakelijk zijn te beginnen met 10-20 g analysemateriaal en de uiteindelijke oplossing aan te vullen tot slechts 100 ml.
- c. Het verassen dient te geschieden in een gesloten moffeloven zonder lucht- of zuurstofvoer.
- d. De op de pyrometer afgelezen temperatuur mag niet meer bedragen dan 475°C.

#### 5.1.2 Spectrofotometrische bepaling

- 5.1.2.1 Bereid voor ieder te bepalen element op basis van de verdunde standaardoplossingen 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1 en 3.10.1 een reeks ijkoplossingen, elk met een zoutzuurconcentratie van ongeveer 0,5 N en (bij ijzer, mangaan en zink) een gehalte aan lanthaanchloride dat overeenkomt met 0,1% La (g/v). De gekozen gehalten aan sporeëlementen dienen binnen het gevoeligheids-bereik van de te gebruiken spectrofotometer te liggen. In onderstaande tabellen zijn bij wijze van voorbeeld de samenstellingen opgegeven van typische reeksen ijkoplossingen; naar gelang van het type en de gevoeligheid van de gebruikte spectrofotometer, kan het echter noodzakelijk zijn andere concentraties te kiezen.

### IJzer

$\mu\text{g Fe/ml}$	0	0,5	1	2	3	4	5
ml verdunde standaardoplossing (3.7.1) (1 ml = 100 $\mu\text{g Fe}$ ) + ml HCl 6 N (3.2)	0 7	0,5 7	1 7	2 7	3 7	4 7	5 7
+ 10 ml lanthaanchloride-oplossing (3.11) en met water aanvullen tot 100 ml							

### Koper

$\mu\text{g Cu/ml}$	0	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	0,1
ml verdunde standaardoplossing (3.8.1) (1 ml = 10 $\mu\text{g Cu}$ ) + ml HCl 6 N (3.2)	0 8	1 8	2 8	4 8	6 8	8 8	10 8
met water aanvullen tot 100 ml							

### Mangaan

$\mu\text{g Mn/ml}$	0	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
ml verdunde standaardoplossing (3.9.1) (1 ml = 100 $\mu\text{g Mn}$ ) + ml HCl 6 N (3.2)	0 7	1 7	2 7	4 7	6 7	8 7	10 7
+ 10 ml lanthaanchloride-oplossing (3.11) en met water aanvullen tot 100 ml							

### Zink

$\mu\text{g Zn/ml}$	0	0,05	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8
ml verdunde standaardoplossing (3.101) (1 ml = 10 $\mu\text{g Zn}$ ) + ml HCl 6 N (3.2)	0 7	0,5 7	1 7	2 7	4 7	6 7	8 7
10 ml lanthaanchloride-oplossing (3.11) en met water aanvullen tot 100 ml							

#### 5.1.2.2 Bereiding van de oplossingen voor de analyse

Voor de bepaling van koper kan de volgens 5.1.1 bereide oplossing in de regel rechtstreeks worden gebruikt. Indien het noodzakelijk is om het gehalte binnen de reeks van de ijkoplossingen te brengen, kan een aliquot deel van die oplossing worden gepipetteerd in een maatkolf van 100 ml welke daarna wordt aangevuld met zoutzuur 0,5 N (3.3) tot de maatstreep.

Voor de bepaling van ijzer, mangaan en zink dient een aliquot deel van de volgens 5.1.1 bereide oplossing te worden gepipetteerd in een maatkolf van 100 ml; voeg 10 ml lanthaan chloride-oplossing (3.11) toe en vul aan tot de maatstreep met zoutzuur 0,5 N (3.3) (zie ook opmerking onder 8).

#### 5.1.2.3 Blanco-proef

Bij de blanco-proef dient de volledige werkwijze te worden toegepast, echter zonder monstermateriaal.

De ijkoplossing "0" mag niet als blanco-proef worden gebruikt.

#### 5.1.2.4 Meting van de atoomabsorptie

Meet de atoomabsorptie van de ijkoplossingen en van de te analyseren oplossing met behulp van een oxyderende lucht-acetyleen-vlam bij de volgende golflengten:

Fe 248,3 nm

Cu 324,8 nm

Mn 279,5 nm

Zn 213,8 nm

Voer iedere meting viermaal uit.

## 5.2 Minerale voeders

Indien het monster geen organisch materiaal bevat, is verassing vooraf overbodig. Handel dan als omschreven in 5.1.1 (i), te beginnen met de tweede alinea. Indampen met fluorwaterstofzuur kan worden weggelaten.

## 6. Berekening van de resultaten

Bereken het gehalte aan spore-elementen in de te analyseren oplossing met behulp van een ijkgrafiek. Druk de resultaten uit in mg spore-elementen per kg monster (ppm).

## 7. Herhaalbaarheid

Het verschil tussen de resultaten van twee parallel bepalingen in hetzelfde monster door dezelfde analist, mag niet meer bedragen dan:

- 5 mg/kg absoluut, voor gehalten aan het betrokken spore-element van maximaal 50 mg/kg;
- 10% van het hoogste resultaat, voor gehalten aan het betrokken spore-element

- van 50 tot en met 100 mg/kg;
- 10 mg/kg absoluut, voor gehalten aan het betrokken spore-element van 100 tot en met 200 mg/kg;
- 5% van het hoogste resultaat, voor gehalten aan het betrokken spore-element van meer dan 200 mg/kg.

## 8. Opmerking

De aanwezigheid van grote hoeveelheden fosfaten kan tot storingen leiden bij de bepaling van ijzer, mangaan en zink. Deze storing kan worden voorkomen door toevoeging van lanthaanchloride-oplossing (3.11). Indien in het monster de

gewichtsverhouding  $\frac{\text{Ca} + \text{Mg}}{\text{P}}$  groter is dan 2, kan de toevoeging van lanthaanchloride-oplossing (3.11) aan de analyse-oplossing en de ijkoplossingen vervallen.