

Stofnaam	Cobalt
Type methode	AAS
Te onderzoeken in	Diervoeders en –grondstoffen, premixen
Minimum bepaalbaarheidsgrens	-
Herhaalbaarheid	-
Reproduceerbaarheid	-
Categorie	C
Titel	Bepaling van cobalt voor verslepingsonderzoek (lage niveaus). De methode is gebaseerd op Ruig WG, J. Assoc. Off Anal.Chem. 69 (1986) p 1009-1013 (cobalt is in dit voorschrift niet meegenomen)

BEPALING VAN COBALT

1. Toepassing

Dit voorschrift beschrijft een methode voor de bepaling van het cobaltgehalte in veevoeders, veevoedergrondstoffen en premixen. Veelal zijn de te bepalen gehalten nodig voor het vastleggen van de gehalten bij verslepingsproeven. Bij deze toepassingen is gewenst dat de relatieve herhaalbaarheid (r) en de binnenlab reproduceerbaarheid (bR) een zo laag mogelijke waarde heeft. Ervoor is dan nodig een bepaalde minimale concentratie aan cobalt. De r en bR zijn afhankelijk van de wijze van opwerken en de matrix.

2. Definitie

Cobaltgehalte in veevoeders, veevoedergrondstoffen en premixen: het gehalte aan cobalt van het in behandeling genomen monster dat wordt verkregen na verassen en oplossen in zoutzuur volgens de beschreven werkwijze. Het gehalte wordt uitgedrukt in % of mg/kg afhankelijk van het niveau.

3. Beginsel

De analyseportie wordt verast en daarna wordt de verkregen as opgelost in zoutzuur, cobalt wordt na eventuele verdunning bepaald met vlam-AAS. De methode is gebaseerd op Ruig WG, J. Assoc. Off Anal.Chem. 69 (1986) p 1009-1013 en VVR-Bundel onderzoekmethoden diervoeders. Besluit Vvr bedrijfsinterne inspecties en controles GMP diervoedersector 1997, blz. 4-19 t/m 4-24.

4. Precisie

Zie validatiegegevens.

5. Veiligheid

Neem de normale veiligheidsregels in acht zoals die op een chemisch laboratorium gelden. Het toevoegen van zuren en eventueel koken van de analysemonsters vindt uitsluitend plaats in een zuurkast. Het dragen van laboratoriumkleding, handschoenen en een veiligheidsbril worden dringend aanbevolen.

6. Chemicaliën en reagentia

6.1 Chemicaliën

6.1.1 Zoutzuur p.a. 37% (HCl) (bijv. Merck 0317)

6.1.2 Salpeterzuur p.a. 65% (HNO₃) (bijv. Merck 0456)

6.1.3 Cobalt standaard (bijv. Merck 1.19785)

6.2 Reagentia

- 6.2.1 Moederstandaard Cobalt (40 mg/L):
Pipetteer 40 ml cobalt-standaard (6.1.3) in een maatkolf van 1000 ml samen met 100 ml zoutzuur (6.1.1), vul aan met water en homogeniseer.
- 6.2.2 Zoutzuur 6 mol/l:
Los 258 ml zoutzuur 37% (6.1.1) op in 200 ml water in een maatkolf van 500 ml, koel af en vul aan met water en homogeniseer.
- 6.2.3 Zoutzuur 1,2 mol/l:
Meng 100 ml zoutzuur 37% (6.1.1) met 900 ml water.
- 6.2.4 Verdunde salpeterzuur (1:1):
Meng 500 ml salpeterzuur 65% (6.1.2) met 500 ml water.

Alle chemicaliën kunnen vervangen worden door producten van andere leveranciers, mits van dezelfde of betere kwaliteit.

Water is milli-Q water met een minimale weerstand van 10- Mohm/cm.

7. Apparatuur, glaswerk en hulpmiddelen

7.1 Apparatuur

- 7.1.1 Analytische balans tot op 0,1 mg
- 7.1.2 Verassingschaaltjes porselein met een gladde niet geëtste binnenwand. Kook de schalen voor gebruik uit met zoutzuur 6 mol/l (6.2.2).
- 7.1.3 Moffeloven met thermostaat, waarin de temperatuur op $550^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ kan worden ingesteld.
- 7.1.4 Atomaire Absorptie Spectrometer, geschikt voor het meten van cobalt.
- 7.1.5 Holle cathode lamp voor de bepaling van Cobalt.
- 7.1.6 Verdunningsapparaat.
- 7.1.7 Deconstructiekast met spoelinrichting
- 7.1.8 Deconstructieblok.

7.2 Glaswerk

- 7.2.1 Maatkolven van 100 ml en 1000 ml
- 7.2.2 Pipetten van 20 ml
- 7.2.3 Deconstructiebuizen van 50 en/of 100 ml met passende NS stoppen.
Het glaswerk vooraf uitkoken met salpeterzuur 1:1 (6.2.3) en naspoelen met water.

7.3 Hulpmiddelen

7.3.1 Spatels

7.3.2 Weegschuitjes

7.3.3 Trechters

7.3.4 Filtreerpapier (bijv. S&S blauwband diameter 150 mm)

7.3.5 Kooksteentjes (bijv. puimsteenkorrels nr. 3 Lamers en Pleuger T64900)

7.3.6 Dispensor

De hierboven beschreven apparatuur en hulpmiddelen mogen vervangen worden door andere merken mits van minimaal gelijkwaardige specificaties.

8. Voorbehandeling

Aangeboden monsters worden volgens op de algemeen geldende regels voorbehandeld en opgeslagen.

9. Werkwijze

Neem bij elke bepaling een controlemonster mee.

9.1 Droge verassing en oplossen van de as

Weeg af 5 gram analysemonster tot op 1 mg in een verassingsschaal (7.1.2) en plaats deze in een moffeloven bij 550°C (7.1.3) en veras gedurende 3 uur. Indien na 3 uur verassen nog kooldeeltjes aanwezig zijn het residu bevochtigen met 2 ml water, drogen en nogmaals 2 uur verassen.

Breng het residu kwalitatief over in een destructiebuis van 100 ml met enkele porties water van 5 ml en daarna met 2x 5 ml zoutzuur (6.1.1). Voeg enkele kooksteentjes toe en kook de oplossing, na het beëindigen van eventuele kooldioxideontwikkeling, gedurende 10 minuten op het destructieblok (7.1.7) dat is ingesteld op een temperatuur van 175 - 200°C. Koel hierna af tot kamertemperatuur, vul aan tot 100 ml met water en filtreer (7.3.4) indien de oplossing niet helder is, in een droge ontvanger, verwerp de eerste 20 ml van het filtraat.

9.2 Blanco oplossing

Bereid een blanco oplossing door de werkwijze volgens 9.1 zonder analysemonster uit te voeren.

9.3 Meetomstandigheden AAS

Stel de AAS in volgens de aanwijzingen van de fabrikant. Gebruik voor de bepaling van Cobalt de golflengte 240,7 nm.

Bereid een serie van geschikte kalibratieoplossingen (0 - 0,40 - 0,80 - 2,00 - 4,00 mg/L) door verdunning van standaardoplossing (6.2.1) met zoutzuur 1,2 mol/l (6.2.3).

Meet van deze oplossingen de extinctie ten opzichte van zoutzuur 1,2 N (6.2.3).

Meet parallel met de kalibratieoplossingen onder identieke omstandigheden de extinctie van de monsteroplossingen (9.1) ten opzichte van de blanco oplossing (9.2).

Verdun zondig een hoeveelheid monsteroplossing en blanco oplossing met zoutzuur 1,2 mol/l (6.2.3).

Het gehalte (in mg/L) in de monsteroplossing wordt automatisch door de AAS berekend.

10. Berekening

Bereken het gehalte aan Cobalt in het analysemonster, uitgedrukt in mg/kg m.b.v. de volgende formule:

$$(A \times F \times 1000) / (g \times 10)$$

waarbij:

A = gemeten gehalte, in mg/L, van de monsteroplossing.

F = verdunningsfactor.

g = massa, in grammen, van het in bewerking genomen monster.

Rond de gehalten vanaf 0 tot 10 mg/kg af op 1 decimaal en gehalten > 10 mg/kg op 0 decimalen.

11. Beoordeling analyseresultaat

De analyse-uitslag van het controlemonster moet voldoen aan de eisen gesteld in de praktijkrichtlijn (bijlage 8.6) en de controlekaart(en) behorende bij het voorschrift.

Het verschil tussen de analyse-uitslag van de bepaling in duplo, uitgevoerd in een duplo monster mag niet groter zijn dan 10% bij gehalten > 100 mg/kg.