

# Vergleich von Methoden zur Bestimmung von Cd und Pb in Futtermitteln

Jörn Breuer, Holger Hrenn und Hans Schenkel

Universität Hohenheim

Landesanstalt für Landwirtschaftliche Chemie

70593 Stuttgart

# Aktuelle Methodische Entwicklung bei der Untersuchung von Cd und Pb in Futtermitteln:

Normierung durch das CEN (Entwurf EN 15550)

Interimsregelung durch die EU (Richtlinie 2005/87/EG)

Klassische Methoden häufig aufwändig und aktuelle Bestimmungsmethoden z.T. nicht berücksichtigt

→ Diskussion in den Fachgremien (z.B. VDLUFA Fachgruppen)

## Vorgehensweise an der LA Chemie:

Bis etwa 2003 Bestimmung von Cd und Pb nach klassischem VDLUFA-Aufschluss (Veraschen, Abrauchen mit HCl)  
Messung mittels F-AAS → relativ hohe Bestimmungsgrenzen

Dann Umstellen der Messung auf ICP-MS/ICP-OES

Seit 2006 Extraktion nach EU-Verfahren (Richtlinie 2005/87/EG),  
Bestimmung mittels ICP-MS/ICP-OES

Parallel Vergleichende Untersuchungen zur Effizienz der beiden  
Aufschluss-/ Extraktionsverfahren

# Klassischer Aufschluss für Cd und Pb nach VDLUFA-Methodenbuch:

## Alleinfutter und Ergänzungsfutter:

- Mahlen, bei 450°C 15 Stunden veraschen
  - Asche mit HCl befeuchten und auf dem Sandbad zur Trockne eindampfen
  - Rückstand mit HCl aufnehmen und filtrieren
  - Filter bei 550°C 4 Stunden veraschen
  - Asche mit HCl befeuchten und auf dem Sandbad zur Trockne eindampfen
  - Rückstand mit HCl aufnehmen, filtrieren und die Lösungen vereinigen
- Einwaage 10g / 50 ml

# Klassischer Aufschluss für Cd und Pb nach VDLUFA-Methodenbuch:

## Mineralfuttermittel:

- Mahlen, mit HCl kochen (3 Minuten)
  - Filtrieren
- Einwaage 10g / 250 ml

## Grundfutter:

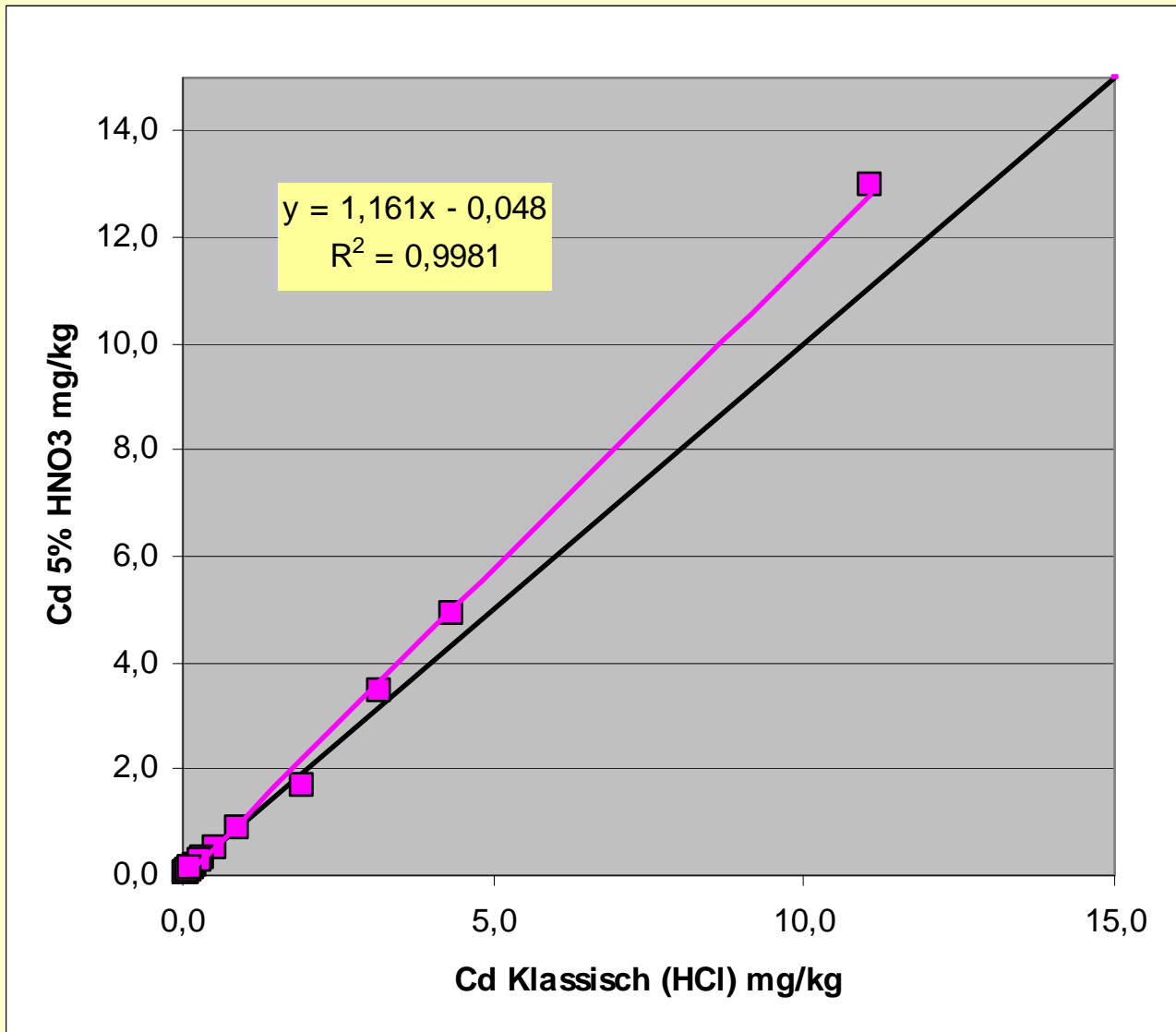
- Wie Allein- und Ergänzungsfutter
- Einwaage 10g / 100 ml

## Extraktion für Cd und Pb nach EU-Richtlinie:

Extraktion der Proben mit Salpetersäure (5% v/v):

- Mahlen
  - In 100 ml Aufschlusskolben einwiegen, 30 ml HNO<sub>3</sub> (5% v/v) zugeben
  - Zum Kochen bringen (Aufschlussblock) und 30 Minuten kochen lassen
  - Filtrieren
- Einwaage 5g / 250 ml

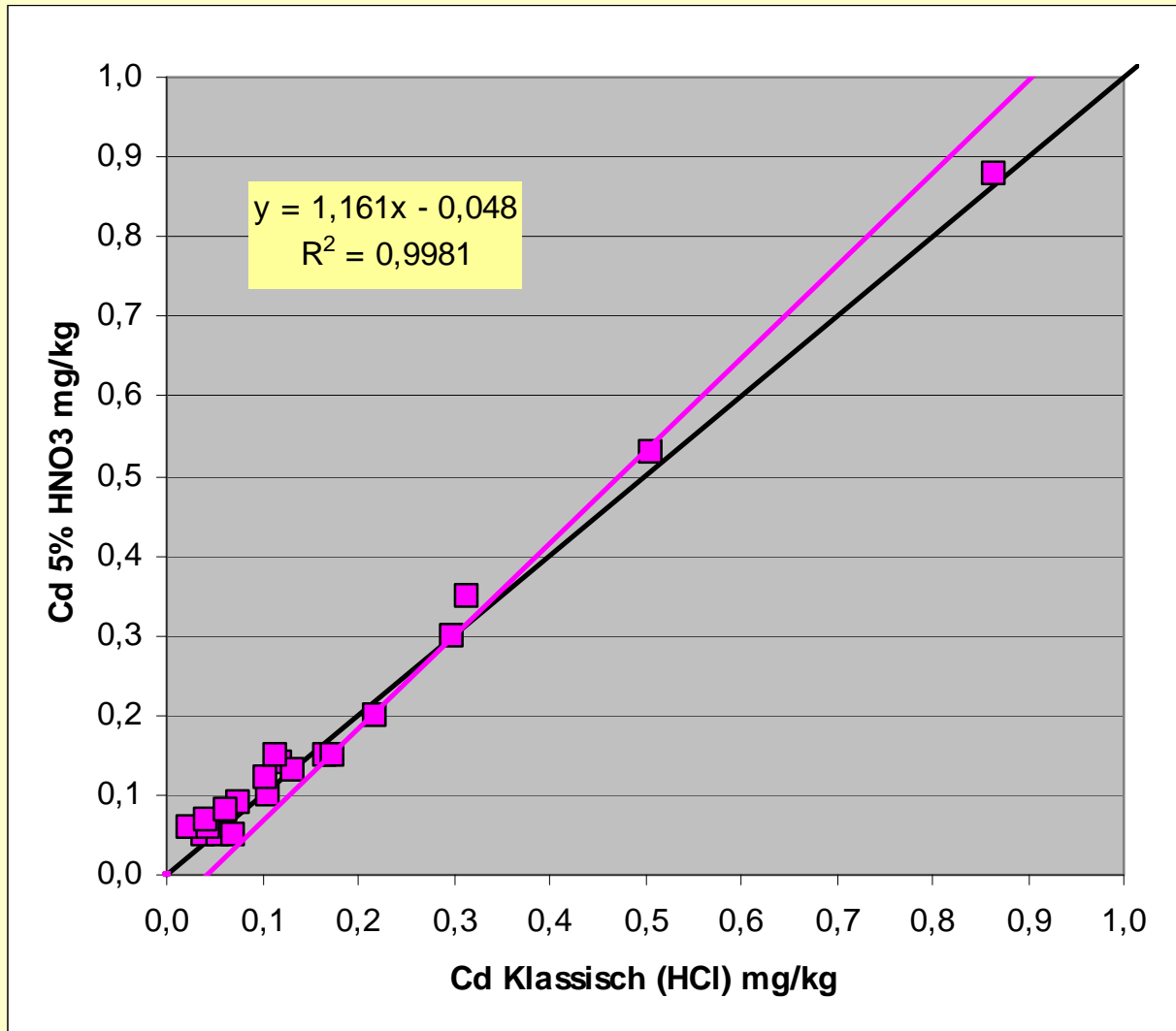
# Vergleich Cadmium klassisch und EU-Methode



Alle Proben  
(n = 42)  
Achtung!:  
Linksschiefe  
Verteilung der  
Werte

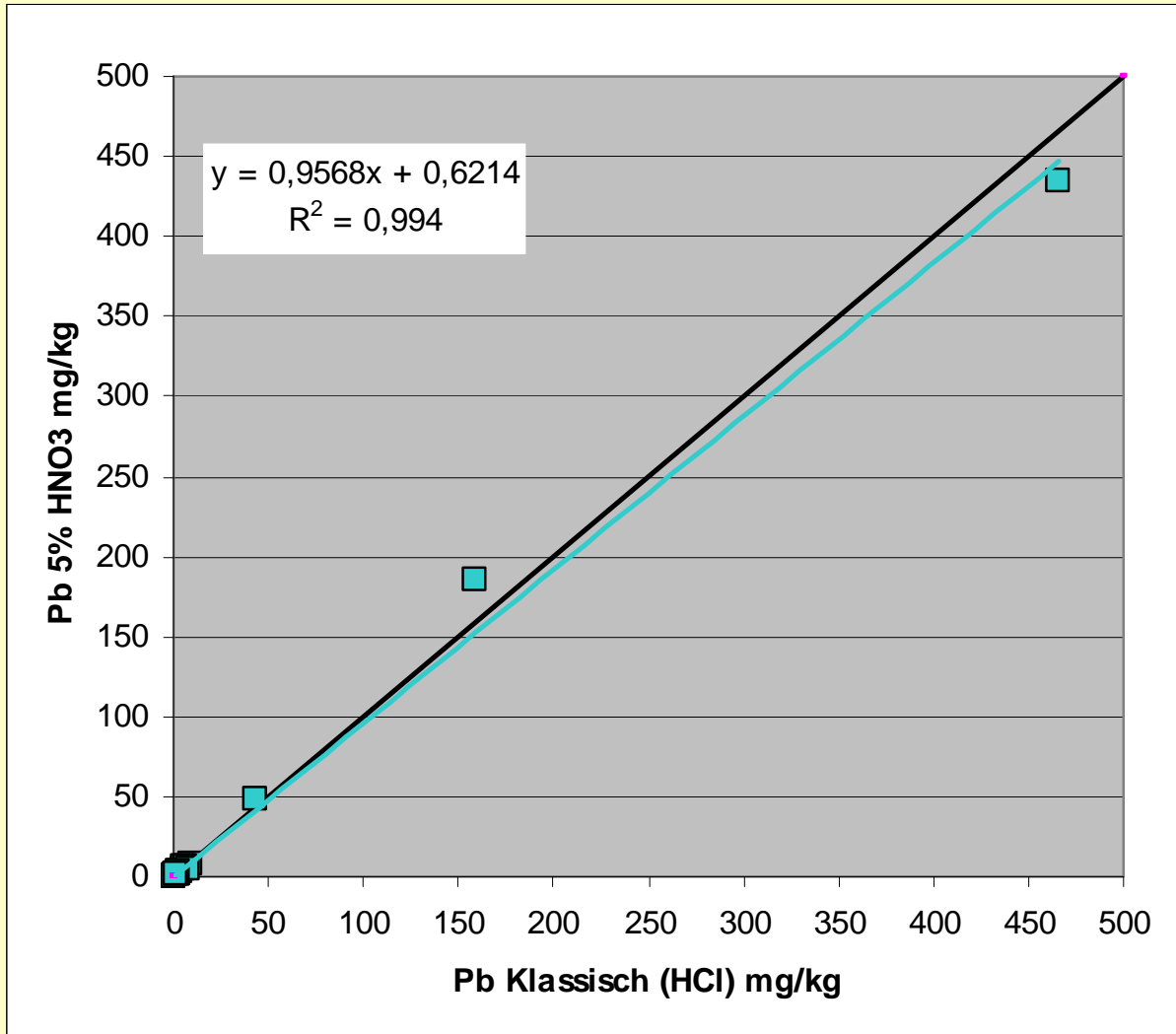
# Vergleich Cadmium klassisch und EU-Methode

Gehalte  
< 1 mg/kg





# Vergleich Blei klassisch und EU-Methode



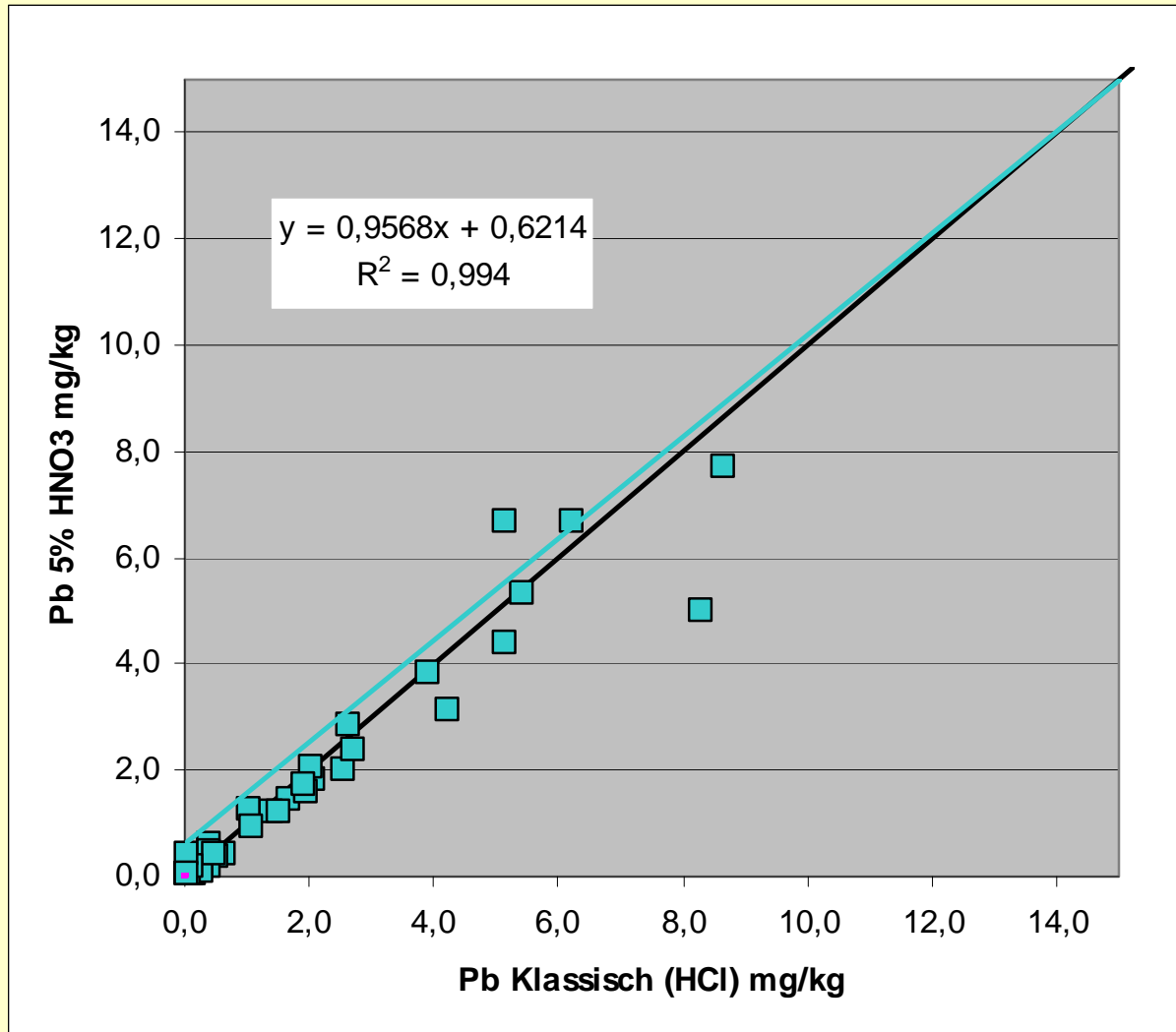
Alle Proben

(n = 42)

Achtung!:

Extrem  
linksschiefe  
Verteilung der  
Werte

# Vergleich Blei klassisch und EU-Methode



Gehalte  
< 10 mg/kg