

Vergleich der Bestimmung von Fluor gem. EU- Richtlinie 2005/87/EG mit der Schmelzaufschlussmethode

M. Rührlinger, AGES, Zentrum für Analytik und Mikrobiologie, Linz

Fluoridbestimmung - ein Methodenvergleich



Methode alt: Schmelzaufschluss, Best. von F mittels ionenselekt. Elektrode

Methode neu: Extraktion mit HCl (RL 2005/87/EG), Best. von F mittels ionenselekt. Elektrode

Bedeutung von Fluorid

- physiologisch wichtig

Knochenwachstum
Zahnschmelzhärtung

- Bei Überschuß

Fluorosen

Wie kommt Fluor ins Futter ?

- Natürlicher Gehalt in Pflanzen ist gering
- Mineralstoff-Zusatz:
 - Phosphate
 - Silikate (Fließhilfsstoffe, Trägerstoffe)
- Immissionen auf Futterpflanzen
 - staubförmig (Industrie)
 - gasf. als HF (Ziegelbrennereien, Al-Elektrolyse)

Fluor-Grenzwerte (unerwünschte Stoffe)

Zur Tierernährung bestimmte Erzeugnisse	Höchstgehalt in mg/kg
(2)	(3)
Futtermittel-Ausgangserzeugnisse, ausgenommen:	150
- Futtermittel tierischen Ursprungs, ausgenommen Tiefseegarnellen, wie z. B. Krill	500
- Tiefseegarnellen, wie z. B. Krill	3000
- Phosphate	2000
- Calciumcarbonat	350
- Magnesiumoxid	600
- kohlensaurer Algenkalk	1000
Vermiculit (E 561)	3000 (**)
Ergänzungsfuttermittel	
- mit ≤ 4 % Phosphor	500
- mit > 4 % Phosphor	125 je 1 % Phosphor
Alleinfuttermittel, ausgenommen:	150
Alleinfuttermittel für Rinder, Schafe und Ziegen	
-- laktierend	30
-- sonstige	50
- Alleinfuttermittel für Schweine	100
- Alleinfuttermittel für Geflügel	350
- Alleinfuttermittel für Küken	250

Anhang I RL 2005/87/EG vom 5.12.2005

- Die Höchstgehalte beziehen sich auf eine analytische Bestimmung von Fluor, wobei 20 Minuten lang mit Salzsäure 1 N bei Umgebungstemperatur extrahiert wird. Es können auch gleichwertige Extraktionsverfahren verwendet werden, die nachweislich einen gleichen Extraktionswirkungsgrad besitzen.

Anhang I RL 2005/87/EG vom 5.12.2005

NaOH-Schmelz-Aufschluss

- Probeneinwaage in Ni-Tiegel
- Veraschung bei 500 °C über Nacht im Muffelofen
- Aufschmelzen mit NaOH über Bunsen-Flamme
- Lösen des Rückstands, Zugabe von HCl u. Puffer, pH 5,9 einstellen
- Überführen in Kunststoffmesskolben
- Filtrieren
- Messung mittels ISE

HCl-Extraktion

- Probeneinwaage in PP-Becher
- Zugabe von 1 N HCl
- 20 min mit Magnetrührer bei Zimmertemperatur
- Zugabe von Puffer und NaOH, pH 5,9 einstellen
- Überführen in Kunststoffmesskolben
- Zentrifugieren
- Messung mittels ISE

Ergebnisse

			Extraktion	Schmelze	
			F mg/kg	F mg/kg	%
BF2007-1898	Tolsa	Fertigf.	14	17	80
BF2007-1899	Tolsa	Fertigf.	5,0	7	71
BF2007-1900	Tolsa	Fertigf.	15	24	61
BF2007-0108	ALVA	Erg. Ferkel	21	26	81
BF2007-0829	IAG	Mischf.	17	22	77
BF2006-1058	VDLUFA	Erg. Legehennen	20	21	96
BF2004-0003	ALVA	Fischfutter	46	47	98
BF2007-3790	Priv.	Fischmehl	115	120	96
BF2006-1057	VDLUFA	Milchleistungsf.	2,4	13	19
BF2007-0008	VDLUFA	Grassilage	4,4	14	32
BF2007-0828	IAG	Grünmehl	2	5,6	36
BF2007-0715	Priv.	Luzerne	2	4	50
BF2007-1904	Tolsa	CaCO ₃	63	65	96
BF2007-1905	Tolsa	CaPhos.	764	802	95
BF2007-0733	Priv.	CaHPO ₄	1228	1227	100
BF2007-0760	Priv.	MDCP	960	996	96
BF2007-0109	ALVA	Mineralfutter	216	247	87
BF2007-2780	Priv.	MgO	19	52	37
BF2007-3779	Priv.	Vormischung	25	305	8
BF2007-0714	Priv.	Sepiolith	980	4650	21
BF2007-1906	Tolsa	Tonmin.?	471	4200	11
BF2007-1901	Tolsa	Vormischung	131	1494	9
BF2007-1902	Tolsa	Vormischung	265	2730	10
BF2007-1903	Tolsa	Vormischung	84	599	14