

Alimentos para animales

Métodos de muestreo y análisis

Determinación del calcio, sodio, fósforo, magnesio, potasio, azufre, hierro, zinc, cobre, manganeso y cobalto tras digestión bajo presión mediante ICP-AES

Esta norma ha sido elaborada por el comité técnico CTN 34 *Productos alimentarios*, cuya secretaría desempeña FIAB.

EXTRACTO DEL DOCUMENTO UNE-EN 15621

UNE-EN 15621

Alimentos para animales

Métodos de muestreo y análisis

Determinación del calcio, sodio, fósforo, magnesio, potasio, azufre, hierro, zinc, cobre, manganeso y cobalto tras digestión bajo presión mediante ICP-AES

Animal feeding stuffs: Methods of sampling and analysis. Determination of calcium, sodium, phosphorus, magnesium, potassium, sulphur, iron, zinc, copper, manganese and cobalt after pressure digestion by ICP-AES.

Aliments pour animaux: Méthodes d'échantillonnage et d'analyse. Dosage du calcium, du sodium, du phosphore, du magnésium, du potassium, du soufre, du fer, du zinc, du cuivre, du manganèse et du cobalt après digestion sous pression par ICP-AES.

Esta norma es la versión oficial, en español, de la Norma Europea EN 15621:2017.

Esta norma anula y sustituye a la Norma UNE-EN 15621:2012.

EXTRACTO DEL DOCUMENTO UNE-EN 15621

Las observaciones a este documento han de dirigirse a:

Asociación Española de Normalización

Génova, 6

28004 MADRID-España

Tel.: 915 294 900

info@une.org

www.une.org

Depósito legal: M 9574:2018

© UNE 2018

Prohibida la reproducción sin el consentimiento de UNE.

Todos los derechos de propiedad intelectual de la presente norma son titularidad de UNE.

Índice

Prólogo europeo	6
1 Objeto y campo de aplicación.....	7
2 Normas para consulta.....	7
3 Términos y definiciones.....	8
4 Principio	8
5 Reactivos.....	8
6 Aparatos.....	9
7 Toma de muestras.....	10
8 Preparación de la muestra para análisis	10
8.1 Generalidades.....	10
8.2 Alimentos para animales que puedan triturarse directamente.....	10
8.3 Alimentos para animales de naturaleza líquida	11
9 Procedimiento	11
9.1 Digestión a presión. Preparación de la disolución para análisis en blanco y de la disolución para análisis	11
9.2 Plomo extraíble en minerales y alimentos para animales que contienen filosilicatos (por ejemplo, arcilla de caolín) - extracción con ácido nítrico diluido	12
9.3 Calibración.....	12
9.4 Determinación.....	13
Tabla 1 - Longitudes de onda de emisión seleccionadas e interferencias para la determinación mediante ICP-AES.....	13
10 Cálculos y expresión de los resultados.....	14
10.1 Generalidades.....	14
10.2 Calibración externa	14
10.3 Método de adición de patrones con una sola adición.....	15
10.4 Método de adición de patrones con varias adiciones.....	15
10.5 Cálculo del contenido del elemento en la muestra.....	16
11 Precisión.....	17
11.1 Análisis interlaboratorios.....	17
11.2 Repetibilidad.....	17
11.3 Reproducibilidad.....	17
Tabla 2 - Datos de precisión - Ca, K, Mg, Na, P, S.....	18
Tabla 3 - Datos de precisión - Co, Cu, Fe, Mn, Mo, Zn, Cd, As, Pb	21
12 Informe del análisis	25
Anexo A (Informativo) Resultados del análisis interlaboratorios	26
Tabla A.1 - Resultados estadísticos de un análisis interlaboratorios - Calcio (Ca)	27
Tabla A.2 - Resultados estadísticos de un análisis interlaboratorios - Potasio (K)	28

Tabla A.3 – Resultados estadísticos de un ensayo interlaboratorios – Magnesio (Mg)	29
Tabla A.4 – Resultados estadísticos de un análisis interlaboratorios – Sodio (Na)	30
Tabla A.5 – Resultados estadísticos de un análisis interlaboratorios – Fósforo (P)	31
Tabla A.6 – Resultados estadísticos de un análisis interlaboratorios – Azufre (S)	32
Tabla A.7 – Resultados estadísticos de un análisis interlaboratorios – Cobalto (Co)	33
Tabla A.8 – Resultados estadísticos de un análisis interlaboratorios – Cobre (Cu)	34
Tabla A.9 – Resultados estadísticos de un análisis interlaboratorios – Hierro (Fe)	35
Tabla A.10 – Resultados estadísticos de un análisis interlaboratorios – Manganeso (Mn)	36
Tabla A.11 – Resultados estadísticos de un análisis interlaboratorios – Molibdeno (Mo)	37
Tabla A.12 – Resultados estadísticos de un análisis interlaboratorios – Zinc (Zn)	38
Tabla A.13 – Resultados estadísticos de un análisis interlaboratorios – Cadmio (Cd)	39
Tabla A.14 – Resultados estadísticos de un análisis interlaboratorios – Arsénico (As)	40
Tabla A.15 – Resultados estadísticos de un análisis interlaboratorios – Plomo (Pb)	41
Anexo B (Informativo) Notas sobre la técnica de detección, las interferencias y la cuantificación, digestión a presión	42
B.1 Generalidades	42
B.2 Interferencias	42
B.2.1 Generalidades	42
B.2.2 Interferencias de la línea espectral	42
B.2.3 Interferencias de ionización	42
B.2.4 Interferencias físicas	42
B.3 Cuantificación y control de matrices	43
B.3.1 Generalidades	43
B.3.2 Curva de calibración	43
B.3.3 Control de matrices	44
B.3.4 Adición de patrones	44
B.4 Condiciones de la digestión a presión	44
B.4.1 Generalidades	44
B.4.2 Masa de muestra inicial y volúmenes de ácido	44
B.4.3 Temperatura de digestión	45
B.4.4 Tiempo de digestión	45
B.4.5 Disolución de digestión	45
B.4.6 Disolución en blanco	45
Bibliografía	46

1 Objeto y campo de aplicación

Esta norma europea describe un método para la determinación de los elementos calcio, sodio, fósforo, magnesio, potasio, azufre, hierro, zinc, cobre, manganeso y cobalto en alimentos para animales mediante espectroscopía de emisión atómica en plasma de acoplamiento inductivo (ICP-AES; *inductively coupled plasma atomic emission spectrometry*) después de digestión a presión.

El método se ha ensayado y evaluado completamente a nivel estadístico sobre los elementos calcio, sodio, fósforo, magnesio, potasio, azufre, hierro, zinc, cobre, manganeso y cobalto con los siguientes 11 alimentos para animales: 2 piensos completos (para ganado porcino y para ganado ovino), 3 suplementos alimentarios (3 productos minerales), 1 mezcla preparativa de minerales, 3 materiales alimentarios (MgO, fosfato, CaCO₃) y 2 aditivos alimentarios (CuSO₄, bentonita).

Para los elementos con un valor de HORRAT superior a 2 (por ejemplo, el potasio y el azufre, véase el anexo A), el método es más aplicable como un método de cribado que para la confirmación.

Otros elementos como el molibdeno, el plomo, el cadmio y el arsénico no se ensayaron y evaluaron completamente a nivel estadístico en las 11 muestras de alimentos para animales debido a que dichos elementos no aparecen en concentraciones superiores al límite de cuantificación en la mayoría de dichas muestras. Por consiguiente, es necesaria una validación individual de laboratorio para el uso de este método de múltiples elementos sobre dichos elementos.

Para la determinación del plomo extraíble en minerales y productos alimenticios que contienen filosilicatos (como por ejemplo la arcilla de caolín) debería utilizarse la digestión líquida con ácido nítrico diluido.

El límite de cuantificación del método para cada elemento depende tanto de la matriz de la muestra como del instrumento. El método no resulta aplicable para la determinación de elementos presentes en bajas concentraciones. Debería conseguirse de forma habitual un límite de cuantificación de 1 mg/kg.

NOTA 1 Este método también puede utilizarse para la determinación de minerales en productos con un alto contenido de minerales (> 5%), aunque tiene que comprobarse la exactitud del método en dichos casos de manera individual. También existen otras técnicas analíticas más específicas de matriz.

NOTA 2 Los resultados obtenidos mediante el uso de la Norma EN 15621 pueden ser superiores a los obtenidos mediante la aplicación de la Norma EN 15510, dado que en la Norma EN 15621 se utiliza digestión a presión.

2 Normas para consulta

Los documentos indicados a continuación, en su totalidad o en parte, son normas para consulta indispensables para la aplicación de este documento. Para las referencias con fecha, solo se aplica la edición citada. Para las referencias sin fecha se aplica la última edición (incluida cualquier modificación de esta).

EN ISO 3696, *Agua para uso en análisis de laboratorio. Especificación y métodos de ensayo (ISO 3696)*.

EN ISO 6498, *Alimentos para animales. Directrices para la preparación de muestras (ISO 6498)*.