

DIN EN 15621

ICS 65.120

Ersatz für
DIN CEN/TS 15621:2007-10**Futtermittel –****Bestimmung von Calcium, Natrium, Phosphor, Magnesium, Kalium,
Schwefel, Eisen, Zink, Kupfer, Mangan und Kobalt nach
Druckaufschluss mittels ICP-AES;
Deutsche Fassung EN 15621:2012**

Animal feeding stuffs –

Determination of calcium, sodium, phosphorus, magnesium, potassium, sulphur, iron,
zinc, copper, manganese and cobalt after pressure digestion by ICP-AES;
German version EN 15621:2012

Aliments pour animaux –

Détermination 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 ICP-AES;
Version allemande EN 15621:2012

Gesamtumfang 42 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 15621:2012) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 327 „Futtermittel — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NEN (Niederlande) gehalten wird.

Die Mitarbeit des DIN beim Europäischen Komitee für Normung (CEN) wird für den Bereich des CEN/TC 327 über das nationale Spiegelgremium, den Arbeitsausschuss NA 057-03-03 AA „Futtermittel“ des Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL), wahrgenommen.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen, wobei EN-ISO-Normen nur dann genannt sind, wenn sie nicht als DIN-EN-ISO-Normen mit gleicher Zählernummer veröffentlicht sind:

EN ISO 3696	siehe DIN ISO 3696
ISO 5725-1	siehe DIN ISO 5725-1

Änderungen

Gegenüber DIN CEN/TS 15621:2007-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Dokumentart von „Technische Spezifikation“ geändert in „Europäische Norm“;
- b) Streichung von „Molybdän“ im Titel;
- c) Aufnahme von Hinweisen in den Anwendungsbereich bzgl. statistischer Prüfung und Auswertung verschiedener Mineralstoffe;
- d) Streichung von EN 13905 aus dem Abschnitt 2 „Normative Verweisungen“;
- e) Aktualisierung der Bezüge auf die Europäischen Direktiven in den Unterabschnitten 3.3 und 3.4;
- f) Aufnahme des Unterabschnittes 5.1 „Allgemeines“;
- g) Aufnahme von „Cd, Pb, As“ in den Unterabschnitt 5.5 „Element-Stammlösungen“;
- h) Streichung von 6.1.3 „Mörser mit Pistell, frei von Verunreinigungen“;
- i) Ergänzung in der Überschrift 9.1 zu „Aufschluss – Herstellung der Blindwertlösung und der Prüflösung“;
- j) Aufnahme der Elemente As, Cd, Pb mit entsprechenden Emissionswellenlängen in die Tabelle 1;
- k) Präzisionsdaten in Tabelle 2 geändert und neue hinzugefügt (MIN 1, MIN 2, MIN MIX, Com. Premix, CuSO₄, MgO, CaCO₃, Bentonite);
- l) Präzisionsdaten in Tabelle 3 geändert und neue hinzugefügt (MIN 1, MIN 2, MIN MIX, Com. Premix, CuSO₄, MgO, CaCO₃, Bentonite) sowie die Elemente Cd, As, Pb mit entsprechenden Präzisionsdaten in die Tabelle neu aufgenommen;
- m) Aufnahme der neuen Ringversuchsangaben und -ergebnisse aus dem Jahr 2007 im Anhang A;
- n) Aufnahme der EN 13805 in die Literaturhinweise;
- o) Norm redaktionell den derzeit gültigen Gestaltungsregeln angepasst.

Frühere Ausgaben

DIN CEN/TS 15621: 2007-10

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen; Identisch mit ISO 3696:1987*

DIN ISO 5725, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe*

— Leerseite —

Deutsche Fassung

**Futtermittel - Bestimmung von Calcium, Natrium, Phosphor,
Magnesium, Kalium, Schwefel, Eisen, Zink, Kupfer, Mangan und
Kobalt nach Druckaufschluss mittels ICP-AES**

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

Aliments pour animaux - 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

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 30. Dezember 2011 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum des CEN-CENELEC oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung	4
4 Reagenzien	5
5 Geräte	5
6 Probenahme	6
7 Vorbereitung der Untersuchungsprobe	6
7.1 Allgemeines	6
7.2 Futtermittel, die zerkleinert werden können	6
7.3 Flüssige Futtermittel	7
7.3.1 Allgemeines	7
7.3.2 Vortrocknen	7
7.3.3 Gefriertrocknen	7
7.4 Mineralfuttermittel	7
8 Durchführung	7
8.1 Druckaufschluss — Herstellung der Blindwertlösung und der Prüflösung	7
8.1.1 Allgemeines	7
8.1.2 Beispiel eines Mikrowellenaufschlusses	7
8.1.3 Beispiel eines Hochdruckaufschlusses	7
8.2 Kalibrierung	8
8.2.1 Allgemeines	8
8.2.2 Externe Kalibrierung	8
8.2.3 Verfahren der Standardaddition	8
8.3 Bestimmung	8
8.3.1 Allgemeines	8
8.3.2 Bestimmung durch Atomemissionsspektrometrie mittels induktiv gekoppeltem Plasma	9
9 Berechnung und Auswertung	10
9.1 Allgemeines	10
9.2 Externe Kalibrierung	10
9.3 Verfahren der Standardaddition mit einmaligem Standardzusatz	11
9.4 Verfahren der Standardaddition mit mehrmaligem Standardzusatz	11
9.5 Berechnung des Elementgehalts in der Probe	12
10 Präzision	12
10.1 Ringversuch	12
10.2 Wiederholpräzision	12
10.3 Vergleichpräzision	13
11 Untersuchungsbericht	18
Anhang A (informativ) Ergebnisse der Ringversuche	19
Anhang B (informativ) Anmerkungen zu Nachweisverfahren, Störungen und quantitativer Bestimmung, Druckaufschluss	35
B.1 Allgemeines	35
B.2 Störungen	35
B.3 Quantitative Bestimmung und Matrixangleichung	36
B.4 Druckaufschlussbedingungen	37
Literaturhinweise	38

Vorwort

Dieses Dokument (EN 15621:2012) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 327 „Futtermittel — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis August 2012, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis August 2012 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt CEN/TS 15621:2007.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung der Mengenelemente Calcium, Natrium, Phosphor, Magnesium, Kalium und Schwefel sowie der Spurenelemente Eisen, Zink, Kupfer, Mangan und Kobalt in Futtermitteln mittels Atomemissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-AES) nach Druckaufschluss fest.

Das Verfahren wurde mit 11 Futtermittelproben für die Mengenelemente Calcium, Natrium, Phosphor, Magnesium, Kalium und Schwefel sowie für die Spurenelemente Eisen, Zink, Kupfer, Mangan und Kobalt vollständig statistisch geprüft und bewertet.

Bei Kalium und Schwefel waren die HORRAT-Werte meistens höher als 2. Deshalb ist das Verfahren für diese Elemente eher als Screening-Verfahren und nicht für Bestätigungszwecke geeignet.

Die bei anderen Elementen, wie Molybdän, Blei, Cadmium und Arsen, erzielten Ergebnisse wurden im Rahmen von 11 Futtermittelproben nicht vollständig statistisch geprüft und bewertet, da diese Elemente nicht in Konzentrationen vorkamen, die in den meisten dieser Proben höher als die Bestimmungsgrenze waren. Deshalb ist bei Anwendung dieses Mehrelementverfahrens eine einzelne laborspezifische Validierung notwendig.

Die Bestimmungsgrenze des Verfahrens ist bei jedem Element sowohl von der Probenmatrix als auch von dem Gerät abhängig. Das Verfahren ist nicht zur Bestimmung von geringen Elementkonzentrationen anwendbar. Eine Bestimmungsgrenze von 1 mg/kg sollte normalerweise erreicht werden.

ANMERKUNG Dieses Verfahren kann ebenfalls zur Bestimmung von Mineralstoffen in Produkten mit hohem Mineralstoffgehalt (> 5 %) angewendet werden, jedoch gibt es für diese Zwecke andere präzisere Analyseverfahren.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

EN ISO 3696, *Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696)*

prEN ISO 6498, *Futtermittel — Leitfaden für die Probenvorbereitung (ISO/DIS 6498)*

3 Kurzbeschreibung

Für die Bestimmung von Calcium, Natrium, Phosphor, Magnesium, Kalium, Schwefel, Eisen, Zink, Kupfer, Mangan, Kobalt, Molybdän, Blei, Cadmium und Arsen wird die Probe unter Druck aufgeschlossen.

Die Konzentration der Elemente wird mittels Atomemissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-AES) unter Anwendung des Verfahrens der externen Kalibrierung oder der Standardaddition bestimmt.

WARNUNG — Die Anwendung dieser Europäischen Norm ist möglicherweise mit der Anwendung gefährlicher Stoffe, Verfahrensschritte und Ausrüstungsgegenstände verbunden. Diese Norm kann jedoch nicht alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme anführen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Europäischen Norm, angemessene Sicherheits- und Gesundheitsvorkehrungen zu treffen und vor der Anwendung die Anwendbarkeit einschränkender Vorschriften zu bestimmen.

4 Reagenzien

Es sind nur Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit und Wasser entsprechend Qualität 2 nach EN ISO 3696 zu verwenden.

4.1 Salpetersäure, konzentriert, mindestens 65%ig (Massenanteil), $c(\text{HNO}_3) = 14,4 \text{ mol/l}$, mit einer Dichte von etwa $\rho(\text{HNO}_3)$ von 1,42 g/ml.

4.2 Salpetersäure-Lösung, mit einem Volumenanteil von 2 %.

Wie folgt herstellen: 20 ml konzentrierte Salpetersäure (4.1) werden in einen 1 000-ml-Messkolben (5.4) pipettiert und der Kolben wird bis zur Marke mit Wasser aufgefüllt.

4.3 Wasserstoffperoxid, mindestens 30%ig (Massenanteil).

4.4 Element-Stammlösungen

Ca, Na, P, Mg, K, S, Fe, Zn, Cu, Mn, Co, Mo, Cd, Pb, As

$c = 1\,000 \text{ mg/l}$.

Der Anwender sollte eine geeignete Stammlösung auswählen. Im Handel sind sowohl Einzelelement-Stammlösungen als auch Mehrelement-Stammlösungen mit entsprechender Spezifikation unter Angabe der verwendeten Säure und des angewendeten Herstellungsverfahrens erhältlich. Die Verwendung zertifizierter Stammlösungen wird empfohlen.

ANMERKUNG Element-Stammlösungen mit anderen Konzentrationen als 1 000 mg/l dürfen ebenso verwendet werden.

4.5 Standardlösungen

In Abhängigkeit vom Anwendungsbereich können unterschiedliche Mehrelement-Standardlösungen notwendig sein. Im Allgemeinen müssen beim Mischen von Mehrelement-Standardlösungen deren chemische Verträglichkeit und die mögliche Hydrolyse der Bestandteile berücksichtigt werden. Spektrale Störungen, die von den anderen in den Mehrelement-Standardlösungen enthaltenen Elementen ausgehen, müssen ebenfalls berücksichtigt werden.

Es können verschiedene Elementkombinationen in unterschiedlichen Konzentrationen verwendet werden, wenn aus den Element-Stammlösungen (4.4) die Standardreihe mit der gleichen Säure und in derselben Säurekonzentration wie die Prüflösung verdünnt wird, die die Konzentrationsbereiche der zu bestimmenden Elemente umfassen.

Bei den Mehrelement-Standardlösungen wird davon ausgegangen, dass diese, wenn sie im Dunkeln aufbewahrt werden, für mehrere Monate stabil sind.

5 Geräte

Übliche Laborgeräte und insbesondere Folgende.

ANMERKUNG Bei der Natriumbestimmung im niedrigen Konzentrationsbereich wird empfohlen, keine Glasgeräte zu verwenden, da Glasgeräte eine Verunreinigungsquelle von Natrium darstellen können.

5.1 Labormühle

5.1.1 Labormühle, mit der bis zu einer Teilchengröße von $\leq 1 \text{ mm}$ zerkleinert werden kann, z. B. eine Messermühle oder ein gleichwertiges Gerät.

5.1.2 Labormühle, mit der bis zu einer Teilchengröße von $\leq 0,1 \text{ mm}$ zerkleinert werden kann, z. B. eine Kugelmühle oder ein gleichwertiges Gerät.

ANMERKUNG Es sollte überprüft werden, ob die verwendete Mühle nicht die Konzentration der Elemente in der zu analysierenden Probe (z. B. durch Adsorption, Verunreinigung) beeinflusst.

5.2 Analysenwaage, mit der auf 1 mg genau gewogen werden kann.

5.3 Druckaufschlussgerät, handelsüblich.

Das Gerät muss hinsichtlich der Sicherheitsdruckaufschlussgefäße geprüft werden, ob diese aus säureresistenten Materialien hergestellt sind und deren Probenhalter aus säureresistentem Material mit einem geringen Grad an Verunreinigung mit den zu bestimmenden Elementen bestehen. Erhältlich ist ein Gerät mit einem Hochdruck-Veraschungssofen mit oder ohne den Autoklav-Außendruck.

Den Polytetrafluorethylen-(PTFE-)Haltern sind graduierte Quarz-, Fluorethylenpropylen-(FEP-) oder Perfluoroalkoxy-(PFA-)Halter vorzuziehen. Es wird empfohlen, bei Zersetzungstemperaturen über 230 °C Quarz zu verwenden.

5.4 Messkolben mit einer Marke, mit einem Fassungsvermögen von 1 000 ml.

5.5 Atomemissionsspektrometer mit induktiv gekoppeltem Plasma.

Als Mindestanforderung muss das Gerät mit radialem Plasma ausgestattet sein; axiales Plasma ist in gleichem Maße zulässig. Eine Untergrundkorrektur muss, falls notwendig, ebenfalls durchgeführt werden. Die Einstellungen der Betriebsbedingungen (z. B. Beobachtungshöhe, Gasströme, Hochfrequenz- oder Plasmaleistung, Probenzufuhr rate, Integrationszeit, Anzahl der Wiederholungen) sind nach den Anweisungen des Herstellers zu optimieren.

5.6 Gefriertrocknungsanlage, mit der flüssige Futtermittel gefriergetrocknet werden können.

6 Probenahme

Die Probenahme ist nicht Bestandteil des in dieser Europäischen Norm beschriebenen Verfahrens. Ein empfohlenes Probenahmeverfahren ist in EN ISO 6497 [2] angegeben.

Es ist wichtig, dass das Laboratorium eine Probe erhält, die repräsentativ ist und während des Transports oder der Lagerung nicht beschädigt oder verändert wurde.

7 Vorbereitung der Untersuchungsprobe

7.1 Allgemeines

Die Untersuchungsprobe ist nach prEN ISO 6498 vorzubereiten:

- Das Zerkleinern muss unter Bedingungen erfolgen, bei denen die Substanz nicht nennenswert erwärmt wird und bei denen keine Verunreinigung durch die Mahlwerkzeuge auftritt;
- Der Arbeitsgang ist so oft wie notwendig zu wiederholen; die Ausführung muss möglichst schnell erfolgen, um eine Aufnahme oder einen Verlust von Bestandteilen (Wasser) zu verhindern;
- Das gesamte zerkleinerte Produkt ist in einen Kolben, z. B. aus Polypropylen, zu überführen, der verschlossen und so aufbewahrt werden kann, dass jegliche Änderungen in der Zusammensetzung verhindert werden;
- Vor der Einwaage zur Analyse muss die gesamte Untersuchungsprobe aus Gründen der Homogenität gründlich gemischt werden. Da eine Probenmenge von höchstens 0,5 g für den Aufschluss verwendet wird, ist es äußerst wichtig, eine homogene Probe herzustellen, damit eine repräsentative Teilprobe entnommen werden kann.

7.2 Futtermittel, die zerkleinert werden können

Die Laborprobe (üblicherweise 500 g) ist mit einer Mühle (5.1.1) oder einem Mörser zu zerkleinern, bis eine Teilchengröße von 1 mm oder weniger erreicht ist.

7.3 Flüssige Futtermittel

7.3.1 Allgemeines

Flüssige Futtermittel müssen nach dem in 7.3.2 beschriebenen Verfahren vorgetrocknet oder nach dem in 7.3.3 beschriebenen Verfahren gefriergetrocknet werden.

7.3.2 Vortrocknen

Die Laborprobe ist zur Verringerung des Feuchtigkeitsgehaltes für mindestens 16 h bei einer Temperatur von $(70 \pm 5) ^\circ\text{C}$ vorzutrocknen. Die Masse der Probe ist vor und nach dem Vortrocknen mit einer Analysenwaage (5.2) zu bestimmen. Die vorgetrocknete Probe ist nach 7.2 zu zerkleinern.

7.3.3 Gefriertrocknen

Die Laborprobe muss gemäß der Gebrauchsanweisung der Gefriertrocknungsanlage (5.6) gefriergetrocknet werden. Die Masse der Probe ist vor und nach dem Gefriertrocknen mit einer Analysenwaage (5.2) zu bestimmen. Die gefriergetrocknete Probe ist nach 7.2 zu zerkleinern.

7.4 Mineralfuttermittel

Mineralstoffe, außer Mineralstoffverbindungen, die Kristallwasser enthalten, z. B. $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, müssen mit einer Labormühle (5.1.2) oder einem Mörser zerkleinert werden, bis eine Teilchengröße von 0,1 mm oder weniger erreicht worden ist. Mineralstoffverbindungen, die Kristallwasser enthalten, sollten nicht zerkleinert werden.

8 Durchführung

8.1 Druckaufschluss — Herstellung der Blindwertlösung und der Prüflösung

8.1.1 Allgemeines

Die Probeneinwaage ist dem Fassungsvermögen des Aufschlussgefäßes anzupassen, wobei aus Sicherheitsgründen die Herstellervorschriften genau einzuhalten sind. Die notwendige Aufschlusstemperatur und Aufschlusszeit sind zu bestimmen (siehe EN 13805 [1], siehe Anhang B).

8.1.2 Beispiel eines Mikrowellenaufschlusses

Bei Verwendung eines 100-ml-Behälters, werden etwa 0,5 g der vorbereiteten Untersuchungsprobe auf 1 mg genau eingewogen. 3 ml Salpetersäure (4.1) und 0,5 ml Wasserstoffperoxid (4.3) werden hinzugefügt und das Aufschlussgefäß und die Druckhalter korrekt verschlossen. Zur Vorreaktion werden die Proben außerhalb des Mikrowellengeräts 30 min lang stengelassen. Zu Beginn des Aufschlusses wird eine niedrige Mikrowellenenergie angewendet und die Energie dann langsam bis zur Höchstleistung gesteigert, z. B. wird mit 100 W begonnen, innerhalb von 5 min auf 600 W gesteigert, 5 min gehalten, anschließend auf 1 000 W gesteigert, 10 min gehalten und während mindestens 20 min bis 25 min abkühlen gelassen. Mit einer Blindwertlösung ist in gleicher Weise zu verfahren.

Die Aufschlusslösung wird entsprechend mit Wasser verdünnt. Die nach der Verdünnung erhaltene Lösung wird als Prüflösung bezeichnet. Das weitere Vorgehen ist unter 8.2 beschrieben.

8.1.3 Beispiel eines Hochdruckaufschlusses

Bei Verwendung eines 100-ml-Behälters, werden etwa 0,5 g der vorbereiteten Untersuchungsprobe auf 1 mg genau eingewogen. 3 ml Salpetersäure (4.1) werden hinzugefügt, das Aufschlussgefäß und Druckgefäß korrekt verschlossen; innerhalb von 60 min wird die Temperatur von Raumtemperatur auf $150 ^\circ\text{C}$, dann innerhalb von 40 min auf $300 ^\circ\text{C}$ gesteigert und 90 min lang gehalten, anschließend wird abgekühlt. Mit einer Blindwertlösung ist in gleicher Weise zu verfahren.

Die Aufschlusslösung wird entsprechend mit Wasser verdünnt. Die nach der Verdünnung erhaltene Lösung wird als Prüflösung bezeichnet. Das weitere Vorgehen ist unter 8.2 beschrieben.

8.2 Kalibrierung

8.2.1 Allgemeines

Die Kalibrierung erfolgt durch eine externe Kalibrierung oder nach dem Verfahren der Standardaddition. Es ist wichtig, dass die Messungen im linearen Bereich des Gerätes durchgeführt werden. Wenn ein (externes) Kalibrierverfahren angewendet wird, muss eine geeignete Matrixangleichung der Kalibrierlösungen durchgeführt werden (siehe Anhang B).

8.2.2 Externe Kalibrierung

Die Kalibrierung erfolgt mit mindestens zwei Kalibrierlösungen, von denen eine die Blindwert-Kalibrierlösung ist. Wenn der Arbeitsbereich nicht linear ist, sollte die Kalibrierung mit einer Blindwert-Kalibrierlösung und mindestens drei Kalibrierlösungen durchgeführt werden, die zueinander die gleichen Konzentrationsunterschiede haben.

8.2.3 Verfahren der Standardaddition

Die Standardadditionskurve sollte mindestens zwei Punkte umfassen, von denen einer dem Standardzusatz entspricht. Bei den Elementen, deren Konzentration in der Nähe der Bestimmungsgrenze liegt, sollte die Standardadditionskurve mindestens vier Punkte umfassen, von denen drei Standardzusätze sind. Wenn drei Standardadditionen verwendet werden, sollte die Konzentration des Standardzusatzes mit der höchsten Konzentration das 3fache bis 5fache der Konzentration der Probenlösung betragen.

8.3 Bestimmung

8.3.1 Allgemeines

Analysenlinien, Selektivität, Nachweis- und Bestimmungsgrenzen, Präzision, linearer Arbeitsbereich und Störungen sind zu ermitteln, bevor das ICP-AES-System zur Bestimmung eingesetzt wird.

8.3.2 Bestimmung durch Atomemissionsspektrometrie mittels induktiv gekoppeltem Plasma

8.3.2.1 Allgemeines

Tabelle 1 — Ausgewählte Emissionswellenlängen und Störungen bei der Bestimmung mit ICP-AES

Element	Emissionswellenlänge nm	Störung	Element	Emissionswellenlänge nm	Störung
Ca	315,887	Co	Mn	257,610	Fe, Mo, Cr
	317,933	Fe, V		293,306	Al, Fe
	393,366		Mo	202,030	Al, Fe
Co	228,616	Ti		204,598	
Cu	324,754	Ti, Fe	Na	330,237	
	327,396			588,995	
Fe	238,200	Co		589,592	Ar
	259,940		P	178,287	I
K	766,490	Mg, Ar		213,618	Cu, Fe, Mo, Zn
	769,900			214,914	Cu, Al, Mg
Mg	279,079			177,428	Cu
	279,553		S	181,972	
	285,213	Fe		182,036	
As	188,979		Zn	206,200	
	189,042			213,856	P
	193,696		Cd	214,438	
	197,197			226,502	
Pb	216,999			228,802	
	220,353				
	261,418	Al, Co, Ti			

In Tabelle 1 sind relevante Analysenlinien und mögliche Störungen für die Bestimmung mit ICP-AES angegeben. Es können auch andere Wellenlängen als die in Tabelle 1 angegebenen angewendet werden (siehe auch Anhang B).

8.3.2.2 Externes Kalibrierverfahren

Die Blindwertlösung (8.1), die aus den Standardlösungen (4.5) hergestellten Kalibrierlösungen und die Prüflösung (8.1) werden in aufsteigender Reihenfolge einzeln angesaugt und in das Plasma gesprüht und die Emission des zu bestimmenden Elements wird mit einer externen Kalibrierung (8.2.2) gemessen.

ANMERKUNG Sollte die Prüflösung Sedimente enthalten, wird die Lösung in ein Reagenzglas, aus dem die Prüflösung ins Plasma gesprüht wird, dekantiert. Der erste dekantierte Teil der Lösung wird zum Spülen des Reagenzglases verwendet.

Es werden mindestens zwei Wiederholungen durchgeführt. Wenn die Werte innerhalb eines zulässigen Bereichs liegen, ist deren Mittelwert zu bilden. Nach jeder Messung wird Wasser oder Salpetersäure-Lösung (4.2) angesaugt.