

DIN EN 15621

ICS 65.120

Ersatz für
DIN EN 15621:2012-04

**Futtermittel –
Probenahme- und Untersuchungsverfahren –
Bestimmung von Calcium, Natrium, Phosphor, Magnesium, Kalium,
Schwefel, Eisen, Zink, Kupfer, Mangan und Cobalt nach Druckaufschluss
mittels ICP-AES;
Deutsche Fassung EN 15621:2017**

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;
German version EN 15621:2017

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;
Version allemande EN 15621:2017

Gesamtumfang 43 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 15621:2017) wurde von der Arbeitsgruppe 4 „Schwermetalle, Spurenelemente und Mineralien“ (Sekretariat: NEN, Niederlande) des Technischen Komitees CEN/TC 327 „Futtermittel — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird, unter Beteiligung deutscher Experten erarbeitet.

Für die deutsche Mitarbeit ist der Arbeitsausschuss NA 057-03-03 AA „Futtermittel“ im DIN-Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) verantwortlich.

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 Zählnummer veröffentlicht sind:

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

Änderungen

Gegenüber DIN EN 15621:2012-04 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) WARNUNG mit dem Hinweis auf den Einsatz gesundheitsgefährdender Reagenzien in das Europäische Vorwort aufgenommen;
- b) der Abschnitt 3 „Begriffe“ in die Norm neu aufgenommen (dadurch auch Anpassung der Nummerierung der folgenden Abschnitte und Unterabschnitte);
- c) der Unterabschnitt 9.2 „Extrahierbares Blei in Mineralstoffen und Futtermitteln, die Schichtsilikate enthalten (z. B. kaolinitischer Ton) — Extraktion mit verdünnter Salpetersäure“ neu aufgenommen;
- d) Norm redaktionell überarbeitet und den derzeit gültigen Gestaltungsregeln angepasst.

Frühere Ausgaben

DIN CEN/TS 15621: 2007-10
DIN EN 15621: 2012-04

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Meßverfahren und Meßergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe*

Deutsche Fassung

**Futtermittel —
Probenahme- und Untersuchungsverfahren —
Bestimmung von Calcium, Natrium, Phosphor, Magnesium,
Kalium, Schwefel, Eisen, Zink, Kupfer, Mangan und Cobalt
nach Druckaufschluss mittels 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

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 6. Februar 2017 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 CEN-CENELEC-Management-Zentrum 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, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, 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

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

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	6
5 Reagenzien	6
6 Geräte	7
7 Probenahme	8
8 Vorbereitung der Untersuchungsprobe	8
8.1 Allgemeines	8
8.2 Futtermittel, die zerkleinert werden können	8
8.3 Flüssige Futtermittel	8
9 Durchführung	9
9.1 Druckaufschluss — Herstellung der Blindwertlösung und der Prüflösung	9
9.2 Extrahierbares Blei in Mineralstoffen und Futtermitteln, die Schichtsilikate enthalten (z. B. kaolinitischer Ton) — Extraktion mit verdünnter Salpetersäure	9
9.3 Kalibrierung	10
9.4 Bestimmung	10
10 Berechnung und Angabe der Ergebnisse	12
10.1 Allgemeines	12
10.2 Externe Kalibrierung	12
10.3 Verfahren der Standardaddition mit einmaligem Standardzusatz	12
10.4 Verfahren der Standardaddition mit mehreren Standardzusätzen	13
10.5 Berechnung des Elementgehalts in der Probe	14
11 Präzision	14
11.1 Ringversuch	14
11.2 Wiederholpräzision	14
11.3 Vergleichpräzision	14
12 Untersuchungsbericht	20
Anhang A (informativ) Ergebnisse des Ringversuches	21
Anhang B (informativ) Anmerkungen zu Nachweisverfahren, Störungen und quantitativer Bestimmung, Druckaufschluss	37
B.1 Allgemeines	37
B.2 Störungen	37
B.2.1 Allgemeines	37
B.2.2 Spektrallinienstörung	37
B.2.3 Ionisationsstörungen	37
B.2.4 Physikalische Störungen	37

B.3	Quantitative Bestimmung und Matrixangleichung.....	38
B.3.1	Allgemeines	38
B.3.2	Kalibrierkurve.....	38
B.3.3	Matrixangleichung	38
B.3.4	Standardaddition.....	39
B.4	Bedingungen für den Druckaufschluss.....	39
B.4.1	Allgemeines	39
B.4.2	Anfangsprobenmasse und Säurevolumina	39
B.4.3	Aufschlusstemperatur	39
B.4.4	Aufschlusszeit	39
B.4.5	Aufschlusslösung	40
B.4.6	Blindwertlösung	40
	Literaturhinweise.....	41

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 15621:2017) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 327 „Futtermittel — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Februar 2018, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Februar 2018 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN 15621:2012.

WARNUNG — Das in dieser Norm beschriebene Verfahren ist mit der Verwendung von Reagenzien verbunden, die eine Gesundheitsgefährdung darstellen. Die Norm erhebt nicht den Anspruch, alle verbundenen Sicherheitsprobleme anzuführen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Norm, vor Anwendung des Standards angemessene Vorkehrungen für den Gesundheitsschutz der Mitarbeiter zu ergreifen und sicherzustellen, dass Vorschriften und gesetzliche Anforderungen eingehalten werden.

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

1 Anwendungsbereich

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

Das Verfahren wurde für die Elemente Calcium, Natrium, Phosphor, Magnesium, Kalium, Schwefel, Eisen, Zink, Kupfer, Mangan und Cobalt in den folgenden 11 Tierfuttermitteln vollständig statistisch geprüft und bewertet: 2 Alleinfuttermittel (Schweine-, Schaffutter), 3 Ergänzungsfuttermittel (3 Mineralstoffmischungen), 1 Mineralstoffvormischung, 3 Einzelfuttermittel (MgO, Phosphat, CaCO₃) und 2 Futtermittel-Zusatzstoffe (CuSO₄, Bentonit).

Für Elemente mit einem HorRat-Wert höher als 2 (z. B. Kalium und Schwefel, siehe Anhang A) ist das Verfahren 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 für diese Elemente eine einzelne laborspezifische Validierung notwendig.

Zur Bestimmung von extrahierbarem Blei in Mineralstoffen und Futtermitteln, die Schichtsilikate enthalten (z. B. kaolinitischer Ton), sollte Nassaufschluss mit Salpetersäure verwendet werden.

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

ANMERKUNG 1 Dieses Verfahren kann ebenfalls zur Bestimmung von Mineralstoffen in Produkten mit hohem Mineralstoffgehalt (> 5 %) angewendet werden. Zu diesem Zweck muss die Fehlergrenze des Verfahrens im Einzelfall geprüft werden. Weitere mehr matrix-spezifische analytische Techniken sind ebenfalls zugelassen.

ANMERKUNG 2 Die Ergebnisse, die diese Europäischen Norm EN 15621 verwenden, können höher sein als die Ergebnisse, die nach Verwendung der EN 15510 erhalten werden, da in EN 15621 das Druckaufschlussverfahren verwendet wird.

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)*

EN ISO 6498, *Futtermittel — Leitfaden für die Probenvorbereitung (ISO 6498)*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach der europäischen Gesetzgebung.

4 Kurzbeschreibung

Für die Bestimmung von Calcium, Natrium, Phosphor, Magnesium, Kalium, Schwefel, Eisen, Zink, Kupfer, Mangan, Cobalt, Molybdän, Blei, Cadmium und Arsen wird eine Prüfmenge der 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.

5 Reagenzien

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

WARNUNG — Die Anwendung dieser Europäischen Norm kann mit der Anwendung gefährlicher Stoffe, Verfahrensschritte und Ausrüstungsgegenstände verbunden sein. Diese Norm kann jedoch nicht alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme anführen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Europäischen Norm, vor Anwendung angemessene Sicherheits- und Gesundheitsvorkehrungen zu treffen und zu prüfen, welche einschränkenden Vorschriften zu berücksichtigen sind.

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

5.2 Salpetersäure-Lösung von 2% (V/V), wie folgt herstellen: 20 ml konzentrierte Salpetersäure (5.1) werden in einen 1 000-ml-Messkolben (6.4) pipettiert und der Kolben wird bis zur Marke mit Wasser aufgefüllt.

5.3 Wasserstoffperoxid, mindestens 30 %ig (m/m).

5.4 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 sind ebenso zulässig.

5.5 Standardlösungen

In Abhängigkeit vom Anwendungsbereich können unterschiedliche Mehrelement-Standardlösungen notwendig sein. Im Allgemeinen müssen beim Kombinieren 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 Stammlösungen (5.4) eine Standardreihe mit der gleichen Säure und in derselben Säurekonzentration wie die Prüflösung verdünnt wird, die die Konzentrationsbereiche der zu bestimmenden Elemente umfasst.

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

6 Geräte

Übliche Laborausrüstung und insbesondere folgende Geräte:

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

6.1 Labormühle

6.1.1 Labormühle, mit der bis zu einer Teilchengröße von kleiner oder gleich 0,5 mm zerkleinert werden kann, z. B. eine Messermühle oder ein gleichwertiges Gerät.

6.1.2 Labormühle, mit der bis zu einer Teilchengröße von kleiner oder gleich 0,1 mm zerkleinert werden kann, z. B. eine Kugelmühle oder ein gleichwertiges Gerät.

ANMERKUNG Elemente in der zu analysierenden Probe (z. B. Adsorption, Verunreinigung).

6.2 Analysenwaage, mit der mit einer Fehlergrenze von 1 mg gewogen werden kann.

6.3 Druckaufschlussgerät, handelsüblich.

Das Gerät muss hinsichtlich der Sicherheit der Druckgefäße 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. Es gibt ein Gerät, das mit Hochdruckveraschung mit oder ohne äußeren Autoklavendruck arbeitet.

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.

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

6.5 Atomemissionsspektrometer mit induktiv gekoppeltem Plasma.

Als Mindestanforderung muss das Gerät mit quengerichtetem Plasma (Radialplasma) ausgestattet sein; längsgerichtetes Plasma (Axialplasma) 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) müssen nach den Anweisungen des Herstellers optimiert werden.

6.6 Gefriertrocknungsanlage, mit der flüssige Futtermittel gefriergetrocknet werden können.

6.7 Ofen zum Vortrocknen, der eine Temperatur von 70 °C ± 5 °C halten kann.

6.8 Becherglas, Fassungsvermögen 250 ml.

6.9 Elektrische Heizplatte, mit Temperaturregelung.

7 Probenahme

Die Probenahme ist nicht Bestandteil des in dieser Internationalen Norm beschriebenen Verfahrens. Ein empfohlenes Probenahmeverfahren ist in EN ISO 6497 angegeben [1].

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

8 Vorbereitung der Untersuchungsprobe

8.1 Allgemeines

Die Untersuchungsprobe ist nach EN 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 und die Ausführung muss so schnell wie möglich 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 mit einem Stopfen verschlossen und auf eine Weise aufbewahrt werden kann, dass jegliche Änderungen in der Zusammensetzung verhindert werden;
- Vor jedem Einwägen für die 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.

8.2 Futtermittel, die zerkleinert werden können

Die Laborprobe (üblicherweise 500 g) ist mit einer Labormühle (6.1.2) oder einem Mörser zu zerkleinern, bis eine Teilchengröße von 0,5 mm oder weniger erreicht ist.

8.3 Flüssige Futtermittel

8.3.1 Allgemeines

Flüssige Futtermittel müssen nach dem in 8.3.2 beschriebenen Verfahren vorgetrocknet oder nach dem in 8.3.3 beschriebenen Verfahren gefriergetrocknet werden.

8.3.2 Vortrocknen

Die Laborprobe ist zur Verringerung des Feuchtegehaltes für mindestens 16 h bei einer Temperatur von $(70 \pm 5) ^\circ\text{C}$ in einem Ofen (6.7) vorzutrocknen. Die Masse der Probe wird vor und nach dem Vortrocknen mit einer Analysenwaage (6.2) bestimmt. Die vorgetrocknete Probe ist nach 8.2 zu zerkleinern.

8.3.3 Gefriertrocknen

Die Laborprobe ist nach der Gebrauchsanweisung der Gefriertrocknungsanlage (6.6) gefrierzutrocknen. Die Masse der Probe wird vor und nach dem Gefriertrocknen mit einer Analysenwaage (6.2) bestimmt. Die gefriergetrocknete Probe ist nach 8.2 zu zerkleinern.

Mineralstoffe, mit Ausnahme von Mineralstoffverbindungen, die Kristallwasser enthalten, z. B. $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, müssen mit einer Labormühle (6.1.2) oder einem Mörser zerkleinert werden, bis eine Teilchengröße von 0,5 mm oder weniger erreicht ist. Mineralstoffverbindungen, die Kristallwasser enthalten, sollten nicht zerkleinert werden.

9 Durchführung

9.1 Druckaufschluss — Herstellung der Blindwertlösung und der Prüflösung

9.1.1 Allgemeines

Die Anfangsprobenmasse ist dem Fassungsvermögen des Aufschlussgefäßes anzupassen, wobei aus Sicherheitsgründen die Herstellervorschriften genau einzuhalten sind. Die notwendige Aufschluss-temperatur und Aufschlusszeit sind zu bestimmen (siehe EN ISO 13805 [2], siehe Anhang B).

9.1.2 Beispiel eines Mikrowellenaufschlusses

Bei Verwendung eines 100-ml-Behälters, werden etwa 0,5 g der vorbereiteten Untersuchungsprobe auf 1 mg eingewogen. 3 ml Salpetersäure (5.1) und 0,5 ml Wasserstoffperoxid (5.3) werden hinzugefügt und das Aufschlussgefäß und die Druckhalter korrekt verschlossen. Zur Vorreaktion werden die Proben außerhalb des Mikrowellengeräts 30 min stehengelassen. 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 9.2 beschrieben.

9.1.3 Beispiel eines Hochdruckaufschlusses

Bei Verwendung eines 100-ml-Behälters, werden etwa 0,5 g der vorbereiteten Untersuchungsprobe auf 1 mg eingewogen. 3 ml Salpetersäure (5.1) werden hinzugefügt, das Aufschlussgefäß und Druckgefäß korrekt verschlossen; innerhalb von 60 min wird die Temperatur von Raumtemperatur auf 150 °C, dann innerhalb von 40 min auf 300 °C gesteigert und 90 min auf 300 °C 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 9.2 beschrieben.

9.2 Extrahierbares Blei in Mineralstoffen und Futtermitteln, die Schichtsilikate enthalten (z. B. kaolinitischer Ton) — Extraktion mit verdünnter Salpetersäure

Etwa 2 g der vorbereiteten Untersuchungsprobe sind auf 1 mg in ein 250-ml-Becherglas einzuwägen. 16 ml verdünnte Salpetersäure werden hinzugefügt (1 Volumenteil konzentrierter Salpetersäure, Massenanteil mindestens 65 % mit 1 Volumenteil Wasser). Etwa 70 ml Wasser sind hinzuzufügen. Das Becherglas (6.8) ist mit einem Uhrglas abzudecken, und der Becherinhalt ist für 30 min auf einer Heizplatte mit Temperaturregler (6.9) zu kochen. Der Becherinhalt ist abkühlen zu lassen. Die Flüssigkeit ist in einen 100-ml-Messkolben (6.4) zu überführen, wobei das Becherglas und das Uhrglas mehrmals mit Wasser zu spülen sind. Der Kolben ist bis zur Marke mit Wasser aufzufüllen. Nach dem Homogenisieren ist die Flüssigkeit durch einen trockenen Papierfaltenfilter in einen trockenen konischen Kolben zu filtrieren. Die erste Filtratportion ist zum Spülen der Glasgeräte zu verwenden und dann zu verwerfen. Wenn die Bestimmung nicht unmittelbar nach dem Filtrieren erfolgt, muss der konische Kolben mit dem Filtrat mit einem Stopfen verschlossen werden. Mit einer Blindwertlösung ist in gleicher Weise zu verfahren.

9.3 Kalibrierung

9.3.1 Allgemeines

Die Kalibrierung muss durch eine externe Kalibrierung oder nach dem Verfahren der Standardaddition erfolgen. Im Allgemeinen sollte die Kalibrierkurve linear sein. Es kann eine nichtlineare Kalibrierfunktion angewendet werden, wenn sie gut beschrieben ist, außer bei Anwendung der Standardaddition. Wenn ein externes Kalibrierverfahren angewendet wird, muss eine geeignete Matrixangleichung der Kalibrierlösungen durchgeführt werden (siehe Anhang B).

9.3.2 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.

9.3.3 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 Standards mit der höchsten Konzentration das 3-fache bis 5-fache der Konzentration der Probenlösung betragen.

9.4 Bestimmung

9.4.1 Allgemeines

Analysenlinien, Selektivität, Nachweis- und Bestimmungsgrenzen, Präzision, linearer Arbeitsbereich und Störungen müssen ermittelt werden, bevor das ICP-AES-System zur Bestimmung eingesetzt wird.

9.4.2 Bestimmung durch Atomemissionsspektrometrie mittels induktiv gekoppeltem Plasma

9.4.2.1 Allgemeines

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).

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

Element	Emissionswellenlänge nm	Störung
Ca	315,887	Co Fe, V
	317,933	
	393,366	
Co	228,616	Ti
Cu	324,754	Ti, Fe
	327,396	
Fe	238,200	Co
	259,940	
K	766,490	Mg, Ar
	769,900	
Mg	279,079	Fe
	279,553	
	285,213	
As	188,979	
	189,042	
	193,696	
	197,197	
Pb	216,999	Al, Co, Ti
	220,353	
	261,418	

Element	Emissionswellenlänge nm	Störung
Mn	257,610	Fe, Mo, Cr Al, Fe
	293,306	
Mo	202,030	Al, Fe
	204,598	
Na	330,237	Ar
	588,995	
	589,592	
P	178,287	I Cu, Fe, Mo, Zn Cu, Al, Mg Cu
	213,618	
	214,914	
	177,428	
S	181,972	
	182,036	
Zn	206,200	P
	213,856	
Cd	214,438	
	226,502	
	228,802	

9.4.2.2 Externes Kalibrierverfahren

Die Blindwertlösung (9.1), die aus den Standardlösungen (5.5) hergestellten Kalibrierlösungen und die Prüflösung (9.1) werden in aufsteigender Reihenfolge einzeln angesaugt und in das Plasma gesprüht und die Emission des zu bestimmenden Elements wird mit einer externen Kalibrierung (9.4.2.2) gemessen.

ANMERKUNG Wenn die Prüflösung Sedimente enthält, 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 (5.2) angesaugt.

9.4.2.3 Verfahren der Standardaddition

Die Blindwertlösung (9.1), die Prüflösung (9.1) und die Prüflösung, die durch das Verfahren der Standardaddition hergestellt wurde (9.4.2.3), werden in aufsteigender Reihenfolge einzeln angesaugt und in das Plasma gesprüht und die Emission des zu bestimmenden Elements wird gemessen.

ANMERKUNG Wenn die Prüflösung (9.1) Sedimente enthält, 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 (5.2) angesaugt.