

DIN EN 15763

ICS 67.050

**Lebensmittel –
Bestimmung von Elementspuren –
Bestimmung von Arsen, Cadmium, Quecksilber und Blei in
Lebensmitteln mit induktiv gekoppelter Plasma-Massenspektrometrie
(ICP-MS) nach Druckaufschluss;
Deutsche Fassung EN 15763:2009**

Foodstuffs –

Determination of trace elements –

Determination of arsenic, cadmium, mercury and lead in foodstuffs by
inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) after pressure digestion;
German version EN 15763:2009

Produits alimentaires –

Dosage des éléments traces –

Dosage de l'arsenic, du cadmium, du mercure et du plomb par
spectrométrie d'émission avec plasma induit par haute fréquence
et spectromètre de masse (ICP-MS) après digestion sous pression;
Version allemande EN 15763:2009

Gesamtumfang 21 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 15763:2009) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 275 „Lebensmittelanalytik — Horizontale Verfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-01-09 AA „Elemente und ihre Verbindungen“ im Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN.

Deutsche Fassung

Lebensmittel — Bestimmung von Elementspuren —
Bestimmung von Arsen, Cadmium, Quecksilber und Blei in
Lebensmitteln mit induktiv gekoppelter Plasma-
Massenspektrometrie (ICP-MS) nach Druckaufschluss

Foodstuffs — Determination of trace elements —
Determination of arsenic, cadmium, mercury and lead in
foodstuffs by inductively coupled plasma mass
spectrometry (ICP-MS) after pressure digestion

Produits alimentaires — Dosage des éléments traces —
Dosage de l'arsenic, du cadmium, du mercure et du plomb
par spectrométrie d'émission avec plasma induit par haute
fréquence et spectromètre de masse (ICP-MS) après
digestion sous pression

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 7. November 2009 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 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, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, 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	4
5 Geräte und Ausrüstung	6
6 Durchführung	6
7 Berechnung	11
8 Analytische Qualitätsüberwachung	11
9 Bestimmungsgrenze	11
10 Präzision	12
11 Untersuchungsbericht	14
Anhang A (informativ) Ergebnisse des Ringversuchs	15
Literaturhinweise	19

Vorwort

Dieses Dokument (EN 15763:2009) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 275 „Lebensmittelanalytik — Horizontale Verfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Juni 2010, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Juni 2010 zurückgezogen werden.

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

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, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung von Arsen, Cadmium, Quecksilber und Blei in Lebensmitteln durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) fest.

Im Ringversuch wurden Lebensmittel wie Karotten, Fischhomogenat, Champignon (ZRM), Weizenschrotmehl, Simulierte Kost E, Scampi, Muschel und Tort-2 mit einem Arsengehalt von 0,06 mg/kg bis 21,5 mg/kg Trockensubstanz (TS), einem Cadmiumgehalt von 0,03 mg/kg bis 28,3 mg/kg TS, einem Quecksilbergehalt von 0,04 mg/kg bis 0,56 mg/kg TS und einem Bleigehalt von 0,01 mg/kg bis 2,4 mg/kg TS untersucht.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente 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 13805, *Lebensmittel — Bestimmung von Elementspuren — Druckaufschluss*

3 Kurzbeschreibung

Die durch Druckaufschluss gewonnene Prüflösung wird zerstäubt und das Aerosol wird in ein induktiv gekoppeltes Hochfrequenz-Argonplasma (ICP) überführt. Die hohe Temperatur des Plasmas dient der Trocknung des Aerosols und der Atomisierung und Ionisierung der Elemente. Nach der Extraktion aus dem Plasma über ein System von konusförmigen Lochblenden (Sampler und Skimmer) werden die Ionen in ein Massenspektrometer überführt und dort nach ihrem Verhältnis von Masse zu Ladung getrennt und mit einem Puls(zahl)- und/oder Analogdetektor bestimmt.

WARNUNG — Die Anwendung dieses Verfahrens kann die Anwendung gefährlicher Substanzen, Arbeitsgänge und Geräte einschließen. Dieses Verfahren erhebt nicht den Anspruch, dass alle mit seiner Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme angesprochen werden. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieses Verfahrens, geeignete Vorsichtsmaßnahmen für den Arbeits- und Gesundheitsschutz zu treffen und die Anwendbarkeit einschränkender Vorschriften vor der Anwendung zu bestimmen.

4 Reagenzien

4.1 Allgemeines

Die Konzentration der Spurenelemente in den verwendeten Reagenzien und im verwendeten Wasser muss hinreichend gering sein, um die Ergebnisse der Bestimmung nicht zu beeinflussen. Bei der Anwendung eines Mehrelement-Verfahrens mit hoher Empfindlichkeit, wie z. B. ICP-MS, ist die Überwachung der Konzentrationen der Blindlösungen von Wasser und Säure von großer Bedeutung. Im Allgemeinen werden ultrareines Wasser und Säure von hoher Reinheit, z. B. durch Sub-boiling-Destillation (Destillation unterhalb des Siedepunktes) gereinigt, empfohlen. Zur Vermeidung von Kontamination während der Vorbereitungs- und Messschritte sollten spezielle Einrichtungen angewendet werden (z. B. die Anwendung von Sterilbänken oder vergleichbaren Reinraumeinrichtungen).

4.2 Salpetersäure

Massenanteil von mindestens $w(\text{HNO}_3) = 65 \%$, mit einer Dichte von etwa 1,4 g/ml.

4.3 Element-Stammlösungen

Handelsübliche Einzel- oder Mehrelementstandards mit einer Massenkonzentration von $\rho = 1\,000\text{ mg/l}$ von As, Au, Cd, Hg, Lu, Rh und Pb werden empfohlen. Derartige Standards stehen in geeigneten Konzentrationen von verschiedenen Lieferanten zur Verfügung. Stammlösungen in verdünnter Salpetersäure werden bevorzugt.

4.4 Verdünnte Quecksilber-Stammlösung, $\rho(\text{Hg}) = 10\text{ mg/l}$

Es werden 1 ml der Hg-Stammlösung $\rho(\text{Hg}) = 1\,000\text{ mg/l}$ (4.3) und 1 ml der Salpetersäure (4.2) in einen 100 ml Messkolben pipettiert und bis zur Marke mit Wasser aufgefüllt.

4.5 Verdünnte Mehrelement-Stammlösung

Die Konzentrationen der Elemente in der verdünnten Mehrelement-Stammlösung dürfen in Abhängigkeit von der Art der analysierten Proben ausgewählt werden.

BEISPIEL $\rho(\text{As}) = 20\text{ mg/l}$, $\rho(\text{Cd})$ und $\rho(\text{Pb}) = 10\text{ mg/l}$. 2 ml der As-Stammlösung und jeweils 1 ml der Element-Stammlösungen Cd und Pb (4.3) werden in einen 100-ml-Messkolben pipettiert, 1 ml Salpetersäure (4.2) wird hinzugefügt, der Kolben wird bis zur Marke mit Wasser aufgefüllt und die Lösung wird in ein geeignetes Gefäß überführt.

4.6 Mehrelement-Kalibrierlösung

Entsprechend dem unter 4.5 angeführten Beispiel enthält die Mehrelement-Kalibrierlösung: $\rho = 100\text{ }\mu\text{g/l}$ As, $\rho = 50\text{ }\mu\text{g/l}$ Cd, Hg, Pb. 0,5 ml der verdünnten Quecksilber-Stammlösung (4.4) und 0,5 ml der verdünnten Mehrelement-Stammlösung (4.5) werden in einen 100-ml-Messkolben pipettiert, 1 ml Salpetersäure (4.2) wird hinzugefügt, der Kolben wird bis zur Marke mit Wasser aufgefüllt und die Lösung wird in ein geeignetes Gefäß (PFA oder Quarz wird empfohlen) überführt.

4.7 Standardlösung des internen Standards

Die Standardlösung des internen Standards enthält Rhodium und Lutetium mit einer Massenkonzentration von $\rho = 1\,000\text{ mg/l}$. Gold wird zur Stabilisierung von Quecksilber in der Lösung und zur Verringerung von Memory-Effekten verwendet. Der/Die interne/n Standard/s sollte/n den für die Bestimmung der Elemente verwendeten Massenbereich abdecken. Ihre Konzentrationen in den Prüflösungen sollten vernachlässigbar sein.

4.8 Verdünnte Standardlösung des internen Standards

Die Konzentration des verdünnten internen Standards sollte hinreichend hoch sein, damit eine ausreichende Signalintensität erhalten wird. Für einen internen Standard werden $\rho(\text{Au, Rh, Lu}) = 5\text{ mg/l}$ und jeweils 0,5 ml der Standardlösungen der internen Standards Au, Rh und Lu (4.7) in einen 100-ml-Kolben pipettiert, 1 ml Salpetersäure (4.2) wird hinzugefügt, der Kolben wird bis zur Marke mit Wasser aufgefüllt und die Lösung wird in ein geeignetes Gefäß überführt.

4.9 Optimierungslösung

Die Optimierungslösung wird zur Überprüfung und Optimierung von Verfahren während der Einstellung des ICP-MS verwendet. Sie wird für die Massenkalkibrierung und die Einstellung der maximalen Empfindlichkeit bei geringen Bildungsraten von Oxiden und doppelt geladenen Ionen eingesetzt. Die Optimierungslösung sollte Elemente enthalten, die den gesamten Massenbereich abdecken, wodurch hohe Bildungsraten von Oxiden und doppelt geladenen Ionen erhalten werden. Es dürfen die vom Hersteller des ICP-MS-Messgerätes empfohlenen Lösungen verwendet werden. Eine Lösung, die z. B. Y, Rh, Ce und Pb enthält, ist für diese Zwecke geeignet. Die Konzentration dieser Elemente sollte so gewählt werden, dass eine Zählrate von 10 000 bis 100 000 erreicht wird.