

DIN EN 16801

ICS 67.120.30

**Lebensmittel –
Bestimmung von Elementen und ihren Verbindungen –
Bestimmung von Methylquecksilber in Lebensmitteln marinen Ursprungs
mit Isotopenverdünnung GC-ICP-MS;
Deutsche Fassung EN 16801:2016**

Foodstuffs –

Determination of elements and their chemical species –

Determination of methylmercury in foodstuffs of marine origin by isotope dilution GC-ICP-MS;
German Version EN 16801:2016

Produits alimentaires –

Détermination des éléments et de leurs espèces chimiques –

Détermination de la teneur en méthylmercure dans les produits alimentaires d'origine marine
par dilution isotopique CG-ICP-SM;
Version allemande EN 16801:2016

Gesamtumfang 18 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 16801:2016) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 275 „Lebensmittelanalytik — Horizontale Verfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN (Deutschland) gehalten wird.

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

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 5725-2	siehe DIN ISO 5725-2

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

Deutsche Fassung

Lebensmittel —
Bestimmung von Elementen und ihren Verbindungen —
Bestimmung von Methylquecksilber in Lebensmitteln
marinen Ursprungs mit Isotopenverdünnung GC-ICP-MS

Foodstuffs —
Determination of elements and
their chemical species —
Determination of methylmercury in foodstuffs of
marine origin by isotope dilution GC-ICP-MS

Produits alimentaires —
Détermination des éléments et
de leurs espèces chimiques —
Détermination de la teneur en méthylmercure dans les
produits alimentaires d'origine marine par dilution
isotopique GC-ICP-SM

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 8. Februar 2016 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, 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, 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	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung	4
4 Reagenzien	4
5 Geräte und Ausrüstung	6
6 Durchführung	7
6.1 Berechnung der optimalen Aufstockmenge	7
6.2 Vorbereitung der Probe	8
6.3 ICP-MS Bedingungen	9
6.4 Bedingungen der GC	9
6.5 Verfahrensweisen zur Einstellung des ICP-MS und GC-ICP-MS	10
6.6 Probenmessung	10
7 Berechnung	11
8 Präzision	13
8.1 Allgemeines	13
8.2 Wiederholpräzision	13
8.3 Vergleichpräzision	13
9 Untersuchungsbericht	13
Anhang A (informativ) Präzisionsdaten	14
Literaturhinweise	16

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 16801:2016) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 275 „Lebensmittelanalytik — Horizontale Verfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis September 2016, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis September 2016 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 wurde unter dem Normungsauftrag M 422 erarbeitet, das die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone dem CEN erteilt haben.

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, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung von Monomethylquecksilber (MMHg) in Lebensmitteln marinen Ursprungs. Das Verfahren wurde in einem Ringversuch an Muschelgewebe, Tintenfischgewebe, Scherenmuskulatur von Krabben, Dornhaileber, Walfleisch, Kabeljaumuskulatur und Muskulatur des Schwarzen Heilbutts (alle gefriergetrocknet) mit Massenanteilen von 0,04 mg/kg bis 3,6 mg/kg Trockenmasse nach ISO 5725-2 [1] validiert.

Laborversuche haben gezeigt, dass das Verfahren auch für frische Proben [2] anwendbar ist.

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 13804, *Lebensmittel — Bestimmung von Elementen und ihren Verbindungen — Allgemeines und spezielle Festlegungen*

EN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen (ISO 3696)*

3 Kurzbeschreibung

Die Probe wird mit einer geeigneten Menge eines isotonenangereicherten MMHg aufgestockt und mit Tetramethylammoniumhydroxid (TMAH) hydrolysiert. Nach Einstellung des pH-Wertes, Derivatisierung und Extraktion wird die organische Phase mit GC-ICP-MS (Gaschromatographie (GC) mit Massenspektrometrie und induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS)) analysiert. Die verschiedenen derivatisierten Quecksilberspezies werden gaschromatographisch getrennt und nachfolgend die derivatisierte Spezies (Ethylmethylquecksilber) durch die hohe Temperatur des ICP atomisiert und ionisiert. Die Ionen werden über ein Lochblendensystem (Sampler und Skimmer) aus dem Plasma extrahiert und in ein Massenspektrometer überführt. Dort werden sie nach ihrem Masse/Ladungsverhältnis getrennt und mit einem Pulszahl- und/oder Analogdetektor bestimmt. Das Ergebnis wird über das Isotopenverdünnungsverhältnis berechnet.

WARNUNG — Bei der Anwendung dieses Verfahrens ist es möglich, dass gefährliche Substanzen, Arbeitsgänge und Geräte angewendet werden. 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 vor Anwendung zu prüfen, welche einschränkenden Vorschriften und Regelungen zu berücksichtigen sind.

4 Reagenzien

4.1 Allgemeines

Die Konzentration von Quecksilberspezies in den verwendeten Chemikalien und dem Wasser muss hinreichend gering sein, um die Ergebnisse der Bestimmung nicht zu beeinflussen. Bei der Anwendung eines nachweisstarken Verfahrens, wie der ICP-MS, ist eine Kontrolle der Blindwerte von Wasser, Säuren und anderen Chemikalien von großer Bedeutung. Im Allgemeinen werden hochreines Wasser mit Qualität 1 nach EN ISO 3696 (d. h. elektrische Leitfähigkeit unter 0,1 $\mu\text{S}/\text{cm}$ bei 25 °C) und Säure von hoher Reinheit, z. B. durch Sub-boiling-Destillation (Destillation unterhalb des Siedepunktes) gereinigt, empfohlen. Die Chemikalien sollten, soweit möglich, mindestens analysenrein (p.a. Qualität) sein. Zur Vermeidung von Kontaminationen während der Vorbereitungs- und Messschritte können spezielle Laboreinrichtungen (z. B. Reinraumbänke oder vergleichbare Reinraumeinrichtungen) verwendet werden.