

DIN EN 17053



ICS 65.120

**Futtermittel –
Probenahme- und Untersuchungsverfahren –
Bestimmung von Spurenelementen, Schwermetallen und anderen
Elementen in Futtermitteln mittels ICP-MS (Multimethode);
Deutsche Fassung EN 17053:2018**

Animal feeding stuffs –

Methods of sampling and analysis –

Determination of trace elements, heavy metals and other elements in feed by ICP-MS
(multi-method);

German version EN 17053:2018

Aliments des animaux –

Méthodes d'échantillonnage et d'analyse –

Dosage par ICP-MS (multiméthode) des éléments traces, métaux lourds et autres éléments
inorganiques présents dans les aliments;

Version allemande EN 17053:2018

Gesamtumfang 32 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 17053:2018) wurde von der Arbeitsgruppe 4 „Elemente und ihre chemischen Spezies“ (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“ (Spiegelausschuss zu CEN/TC 327) im DIN-Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) verantwortlich.

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 5725-5 siehe DIN ISO 5725-5

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 5725-5, Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 5: Alternative Methoden für die Ermittlung der Präzision eines vereinheitlichten Messverfahrens

Deutsche Fassung

Futtermittel —
Probenahme- und Untersuchungsverfahren —
Bestimmung von Spurenelementen, Schwermetallen und
anderen Elementen in Futtermitteln mittels ICP-MS
(Multimethode)

Animal feeding stuffs —
Methods of sampling and analysis —
Determination of trace elements, heavy metals and
other elements in feed by ICP-MS (multi-method)

Aliments des animaux —
Méthodes d'échantillonnage et d'analyse —
Dosage par ICP-MS (multiméthode) des éléments
traces, métaux lourds et autres éléments inorganiques
présents dans les aliments

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 27. November 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: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung	4
4 Reagenzien	5
5 Geräte	6
6 Probenahme	6
7 Vorbereitung und Aufbewahrung der Untersuchungsproben	6
7.1 Allgemeines	6
7.2 Futtermittel, die als solche zerkleinert werden können	7
7.3 Mineralfuttermittel	7
8 Durchführung	7
8.1 Druckaufschluss	7
8.2 Extrahierbares Blei in Mineralstoffen und Futtermitteln, die Schichtsilikate enthalten (z. B. kaolinitischer Ton) — Extraktion mit verdünnter Salpetersäure	8
8.3 Kalibrierung	8
8.4 Vorbereitung der Messlösungen	8
8.5 Bestimmung	9
8.6 Qualitätssicherung	12
9 Berechnung	12
10 Präzision	13
10.1 Allgemeines	13
10.2 Wiederholpräzision	13
10.3 Vergleichpräzision	13
11 Untersuchungsbericht	13
Anhang A (informativ) Statistische Ergebnisse der Ringversuche (aufgeführt nach Element)	14
Anhang B (informativ) Interferenzen	27
B.1 Interferenzen im ICP-MS	27
B.2 Technische Lösungen zur Beseitigung von Interferenzen	28
Literaturhinweise	30

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 17053:2018) 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 Juli 2018, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Juli 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 wurde im Rahmen eines Normungsauftrages erarbeitet, den die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone CEN erteilt haben, und unterstützt grundlegende Anforderungen der EU-Richtlinien.

WARNUNG — Das in dieser Norm beschriebene Verfahren erfordert den Einsatz gesundheitsgefährdender Reagenzien. Diese Norm beansprucht nicht, sämtliche mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme zu behandeln. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Norm, vor ihrer Anwendung geeignete Maßnahmen für die Sicherheit und den Gesundheitsschutz des Personals zu ergreifen, und dafür Sorge zu tragen, dass behördliche und gesetzliche Regelungen 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 von Spurenelementen, Schwermetallen und anderen Elementen in Tierfuttermitteln durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) fest. Das Verfahren wird zur Bestimmung von As, Cd, Co, Cu, Fe, Hg, Mn, Mo, Pb, Se, Tl, U und Zn in der Extraktionslösung nach Druckaufschluss verwendet. Zur Bestimmung von extrahierbarem Blei in Mineralstoffen und Futtermitteln, die Schichtsilikate enthalten (z. B. kaolinitischer Ton), sollte Nassaufschluss mit Salpetersäure verwendet werden. Das beschriebene Verfahren ist zur Verwendung mit Quadrupol-Instrumenten geeignet, die entweder mit oder ohne zusätzliche Technologien zur Reduzierung der Interferenzen von Molekülonen (z. B. Kollisions- oder Reaktionstechnologien) sowie hochauflösende Sektorfeldsysteme ausgestattet sind.

Das Verfahren wurde vollständig im Rahmen eines Ringversuches mit acht Futtermittelproben für die Elemente As, Cd, Co, Cu, Fe, Hg, Mn, Mo, Pb, Se, Tl, U und Zn statistisch geprüft und bewertet. Für Elemente mit einem HorRat-Wert höher als 2 (z. B. Quecksilber, siehe Anhang A) ist das Verfahren eher als Screening-Verfahren und nicht für Bestätigungszwecke geeignet. Eine ICP-MS mit hochauflösendem Sektorfeldsystem wurde im Rahmen des Ringversuches nicht geprüft.

Die Bestimmungsgrenze für jedes Element ist sowohl von der Probenmatrix als auch vom verwendeten Gerät abhängig. Für die Elemente Co, Mn, Mo, Pb, Tl und U sollte normalerweise eine Bestimmungsgrenze von 0,10 mg/kg, für die Elemente Fe und Zn 5,0 mg/kg erreicht werden, während üblicherweise 0,03 mg/kg, für Cd, 0,04 mg/kg für Hg und 0,05 mg/kg für As quantifizierbar sein sollten.

Nähere Angaben zu den erfolgreich geprüften Arbeitsbereichen für jedes Element werden in dieser Norm beschrieben.

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 Zwecke — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696)*

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

3 Kurzbeschreibung

Zur Bestimmung von As, Cd, Co, Cu, Fe, Hg, Mn, Mo, Pb, Se, Tl, U und Zn wird eine Prüfmenge der Probe mit konzentrierter Salpetersäure einem Druckaufschluss ausgesetzt.

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

Die Konzentration der Elemente wird mittels Atomemissionsspektrometrie mit induktiv gekoppelter Massenspektrometrie (ICP-MS) unter Anwendung des Verfahrens der externen Kalibrierung oder der Standardaddition bestimmt. Zur Reduzierung der auftretenden Masseninterferenzen dürfen mathematische Korrekturgleichungen, physikalische oder chemische technische Lösungen (siehe B.2) oder ICP-MS mit hochauflösenden Sektorfeldsystemen eingesetzt werden.

4 Reagenzien

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 und Regelungen zu berücksichtigen sind.

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

4.1 Salpetersäure, konzentriert, mindestens 65 % (Massenanteil), $c(\text{HNO}_3) = 14,4 \text{ mol/l}$, mit einer Dichte von etwa $\rho(\text{HNO}_3) = 1,40 \text{ g/ml}$.

4.2 Salpetersäure-Lösung mit einer Konzentration von 5 % (Massenanteil), 54 ml 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 Salpetersäure-Lösung (Spüllösung), 20 ml Salpetersäure (4.1) werden in einen Messkolben mit 1 000 ml Volumen (5.4) pipettiert. Der Kolben wird bis zur Marke mit Wasser aufgefüllt.

4.4 Salzsäure, konzentriert, 30 % (Massenanteil), $c(\text{HCl}) = 9,5 \text{ mol/l}$, mit einer Dichte von etwa $\rho(\text{HCl}) = 1,15 \text{ g/ml}$.

4.5 Wasserstoffperoxid, nicht weniger als 30 % (Massenanteil), $c(\text{H}_2\text{O}_2) = 9,7 \text{ mol/l}$, mit einer Dichte von etwa $\rho(\text{H}_2\text{O}_2) = 1,12 \text{ g/ml}$.

4.6 Einzelement- und Multielement-Stammlösungen für ICP-MS, $\beta = 1\,000 \text{ mg/l}$, der Einsatz von zertifizierten Multielement-Stammlösungen wird angeraten. Stammlösungen mit anderen Konzentrationen als 1 000 mg/l dürfen ebenso verwendet werden. Stammlösungen werden für mehrere Monate als stabil betrachtet.

4.7 Kalibrierlösungen, die Konzentrationen der Kalibrierlösungen hängen vom Element und den erwarteten Konzentrationsniveaus der Proben ab. Bei der Vorbereitung von Kalibrierlösungen sollte darauf geachtet werden, geeignete Volumina zu pipettieren. Zwischenschritte für die Verdünnung werden empfohlen. Wenn Kalibrierlösungen aus Einzelement-Stammlösungen vorbereitet werden, sollte geprüft werden, ob diese chemisch kompatibel sind und einen ausreichenden Reinheitsgrad (Spezifikation) aufweisen. Kalibrierlösungen müssen täglich vorbereitet werden.

4.8 Interne Standard-Stammlösung, $\beta = 1\,000 \text{ mg/l}$; als interner Standard wird Rhodium empfohlen.

ANMERKUNG Für Elemente mit niedriger Masse ist alternativ Germanium zu verwenden, für die Verwendung als interner Standard wird Indium oder Scandium empfohlen. Rhenium, Thulium und Lutetium sind für die Quantifizierung von Elementen mit hoher Masse vorteilhaft.

4.9 Interne Standard-Arbeitslösung, $\beta = 1 \text{ mg/l}$, 1 ml der internen Standard-Stammlösung (4.8) wird mit 1 000 ml Wasser verdünnt.

4.10 Goldchlorid-Stammlösung, AuCl_3 (in 10 % HCl), $\beta = 10 \text{ g Au/l}$.

4.11 Gold-Stabilitätslösung, $\beta = 200 \text{ mg Au/l}$, 200 ml Wasser werden in einen Messkolben mit 500 ml Volumen (5.4) eingefüllt, 250 ml konzentrierte Salzsäure (4.4) und 10,0 ml Goldchlorid-Stammlösung (4.10) pipettiert und der Kolben mit Wasser bis zur Markierung aufgefüllt.

5 Geräte

Übliche Laborgeräte und insbesondere folgende.

5.1 Labormühle.

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

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

Es ist zu überprüfen, ob die verwendete Mühle nicht die Konzentration der Elemente in der Probe (z. B. durch Adsorption, Verunreinigung), die analysiert werden muss, beeinflusst.

5.2 Analysenwaage, geeignet für Wägungen mit einer Fehlergrenze von 1 mg.

5.3 Druckaufschlussgerät, welches in der Lage ist, Temperaturen oberhalb von 210 °C zu erreichen. Das Gerät muss hinsichtlich der Sicherheitsdruckaufschlussgefäße geprüft werden, ob diese aus säure-resistenten Materialien hergestellt sind und deren Probenfläschchen aus säureresistentem Material mit einem geringen Grad an Verunreinigung mit den zu bestimmenden Elementen bestehen. Den Polytetrafluorethylen-(PTFE-)Fläschchen sind graduierte Quarz-, Fluorethylenpropylen-(FEP-) oder Perfluoroalkoxy-(PFA-)Fläschchen vorzuziehen. Es wird empfohlen, bei Zersetzungstemperaturen über 230 °C Quarz zu verwenden.

ANMERKUNG Der Einsatz eines mikrowellenbeheizten Druckaufschlussgeräts ist eine Option.

5.4 Messkolben mit einzelner Markierung.

5.5 Massenspektrometer mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS).

5.6 Gefriertrocknungsanlage, mit der flüssige Futtermittel gefriergetrocknet werden können.

5.7 Ofen zur Vortrocknung, der auf einer Temperatur von 70 °C $\pm$ 5 °C gehalten werden kann.

5.8 Becherglas, Fassungsvermögen 250 ml.

5.9 Elektrische Heizplatte, mit Temperaturregelung.

6 Probenahme

Die Probenahme ist nicht Bestandteil des in dieser Europäischen Norm festgelegten Verfahrens. Ein empfohlenes Probenahmeverfahren ist in EN ISO 6497 beschrieben. 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 und Aufbewahrung der Untersuchungsproben

7.1 Allgemeines

Die Untersuchungsprobe ist in Übereinstimmung mit 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 muss so oft wie notwendig wiederholt werden; die Ausführung muss möglichst schnell erfolgen, um eine Aufnahme oder einen Verlust von Bestandteilen (Wasser) zu verhindern;

- das gesamte zerkleinerte Produkt ist in einen Messkolben, z. B. aus Polypropylen, zu überführen, der verschlossen und so aufbewahrt werden kann, dass jegliche Änderungen in der Zusammensetzung verhindert werden;
- bevor die Einwaage für die Analyse durchgeführt wird, 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 als solche zerkleinert werden können

Die Laborprobe (üblicherweise 500 g) ist mit einer Labormühle (5.1) oder einem Mörser zu zerkleinern, bis eine Teilchengröße von 0,5 mm oder weniger erreicht ist.

7.3 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, wie z. B. Schichtsilikate enthalten, sollten nicht zerkleinert werden.

8 Durchführung

8.1 Druckaufschluss

8.1.1 Allgemeines

Die Anfangsprobenmasse ist dem Fassungsvermögen des Aufschlussgefäßes anzupassen, wobei aus Sicherheitsgründen die Herstellervorschriften genau einzuhalten sind.

8.1.2 Beispiel eines Hochdruckaufschlusses

Bei Verwendung eines 100-ml-Fläschchens werden etwa 0,5 g der vorbereiteten Untersuchungsprobe auf 1 mg eingewogen. 3 ml Salpetersäure (4.1) werden hinzugefügt und das Aufschlussgefäß und die Druckfläschchen korrekt verschlossen. Zur Vorreaktion wird die Probe ungefähr 30 min stehengelassen und dann im Druckaufschlussgerät (5.3) innerhalb von 60 min von Raumtemperatur auf 150 °C und dann in 40 min auf mindestens 210 °C erhitzt. Diese Temperatur wird 90 min beibehalten, bevor abgekühlt wird. Die Aufschlusslösung wird entsprechend mit Wasser verdünnt. Mit einer Blindwertlösung ist in gleicher Weise zu verfahren.

8.1.3 Beispiel eines Mikrowellenaufschlusses

Bei Verwendung von 100-ml-Fläschchen werden etwa 0,5 g der vorbereiteten Untersuchungsprobe auf 1 mg eingewogen. 3 ml Salpetersäure (4.1) und 0,5 ml Wasserstoffperoxid (4.5) werden hinzugefügt und das Aufschlussgefäß und die Druckhalter korrekt verschlossen. Zur Vorreaktion werden die Proben außerhalb des Mikrowellenofens (5.3) für 30 min stehengelassen. Zu Beginn des Aufschlusses wird eine niedrige Mikrowellenenergie angewendet und die Energie dann langsam bis zur Höchstleistung gesteigert, um mindestens 210 °C zu erreichen. Diese Temperatur wird mindestens 20 min beibehalten und dann mindestens 20 min bis 25 min abgekühlt. Die Aufschlusslösung wird entsprechend mit Wasser verdünnt. Mit einer Blindwertlösung ist in gleicher Weise zu verfahren.

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

Etwa 2 g der vorbereiteten Untersuchungsprobe werden auf 1 mg in ein 250-ml-Becherglas (5.8) eingewogen. 85 ml verdünnte Salpetersäure (4.2) werden hinzugefügt. Das Becherglas wird mit einem Uhrglas abgedeckt und der Becherinhalt wird für 30 min auf einer Heizplatte (5.9) gekocht. Den Becherinhalt abkühlen lassen. Die Flüssigkeit wird in einen 100-ml-Messkolben (5.4) überführt, wobei das Becherglas und das Uhrglas mehrmals mit Wasser zu spülen sind. Der Kolben wird bis zur Marke mit Wasser aufgefüllt. Nach dem Homogenisieren wird die Flüssigkeit durch ein trockenes Papierfaltenfilter in einen trockenen konischen Messkolben filtriert. Die erste Filtratportion wird zum Spülen der Glasgeräte verwendet und dann verworfen. Wenn die Bestimmung nicht unmittelbar nach dem Filtrieren erfolgt, muss der konische Messkolben mit dem Filtrat mit einem Stopfen verschlossen werden. Mit einer Blindwertlösung ist in gleicher Weise zu verfahren.

8.3 Kalibrierung

8.3.1 Allgemeines

Die Konzentration der Elemente in der Extraktionslösung wird gegenüber den Element-Kalibrierlösungen (4.7) durch eine externe Kalibrierung oder ein Standard-Additionsverfahren quantifiziert.

Üblicherweise besteht ein stabiles lineares Verhältnis über mehrere Zehnerpotenzen zwischen dem vom Detektor gemessenen Signal und der Konzentration der Elemente in der Analytenlösung.

8.3.2 Externe Kalibrierung

Zur Kalibrierung werden mindestens fünf Kalibrierlösungen empfohlen, wovon eine eine Blindkalibrierlösung ist. Aufgrund unterschiedlicher Elementkonzentrationen im Futtermittel ist der Kalibrierbereich in Anbetracht der resultierenden Zählrate anzupassen. Wenn die Linearität der Kalibrierung erwiesen ist, ist eine weitere Zwei-Punkt-Kalibrierung gestattet, wobei es sich bei einer um eine Blindlösung handelt.

Wenn ein externes Kalibrierverfahren angewendet wird, muss eine geeignete Matrixangleichung, zumindest in Bezug auf die Säurezusammensetzung und Konzentration der Kalibrierlösungen auf die Probenlösungen, durchgeführt werden.

8.3.3 Verfahren der Standardaddition

Die Standardadditionskurve sollte mindestens vier Punkte umfassen, von denen drei dem Standardzusatz entsprechen. Bei den Elementen, deren Konzentration in der Nähe der Bestimmungsgrenze liegt, sollte die Standardadditionskurve mindestens drei Punkte umfassen, von denen zwei 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.

8.4 Vorbereitung der Messlösungen

8.4.1 Allgemeines

Die Elementkonzentrationen im Futtermittel können in einem weiten Bereich variieren. Daher können geeignete Verdünnungsschritte der Probenlösung aus dem Druckaufschluss (8.1) oder dem Extraktionsverfahren (8.2) notwendig sein. Die Probenlösungen sollten auf ein Niveau verdünnt werden, welches sicherstellt, dass die Salzkonzentration in den Messlösungen unter 0,2 % liegt.

Ein interner Standard (4.9) wird zu allen Messlösungen hinzugegeben, sodass die entstehende Konzentration des internen Standards in allen Lösungen übereinstimmt (z. B. $\beta = 10 \mu\text{g/l}$). Alternativ kann es lohnenswert sein, einen internen Standard während der Messung hinzuzugeben.