

DIN EN ISO 15151



ICS 67.100.10

**Milch, Milcherzeugnisse, Säuglingsnahrung und Nahrungsergänzungsmittel
für Erwachsene –
Bestimmung von Mineralien und Spurenelementen –
Verfahren mit induktiv gekoppelter Plasma-Atomemissionsspektrometrie
(ICP-AES) (ISO 15151:2018);
Deutsche Fassung EN ISO 15151:2020**

Milk, milk products, infant formula and adult nutritionals –
Determination of minerals and trace elements –
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES) method
(ISO 15151:2018);
German version EN ISO 15151:2020

Lait, produits laitiers, formules infantiles et produits nutritionnels pour adultes –
Détermination de la teneur en minéraux et en oligo-éléments –
Méthode par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence
(ICP-AES) (ISO 15151:2018);
Version allemande EN ISO 15151:2020

Gesamtumfang 47 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 15151 | IDF 229:2018 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 15151 | IDF 229:2020 durch das Technische Komitee CEN/TC 302 „Milch und Milcherzeugnisse — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ übernommen, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Für die deutsche Mitarbeit ist der Arbeitsausschuss NA 057-05-13 AA „Milch und Milcherzeugnisse - Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ im DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) verantwortlich.

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

ISO 648	siehe	DIN EN ISO 648
ISO 707 IDF 50	siehe	DIN EN ISO 707
ISO 1042	siehe	DIN EN ISO 1042
ISO 3696	siehe	DIN ISO 3696
ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 648, *Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten*

DIN EN ISO 707, *Milch und Milcherzeugnisse — Leitfaden zur Probenahme*

DIN EN ISO 1042, *Laborgeräte aus Glas — Messkolben*

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

Milch, Milcherzeugnisse, Säuglingsnahrung und
Nahrungsergänzungsmittel für Erwachsene —
Bestimmung von Mineralien und Spurenelementen —
Verfahren mit induktiv gekoppelter Plasma-
Atomemissionsspektrometrie (ICP-AES)
(ISO 15151:2018)

Milk, milk products, infant formula and adult
nutritionals —
Determination of minerals and trace elements —
Inductively coupled plasma atomic emission
spectrometry (ICP-AES) method
(ISO 15151:2018)

Lait, produits laitiers, formules infantiles et produits
nutritionnels pour adultes —
Détermination de la teneur en minéraux et en oligo-
éléments —
Méthode par spectrométrie d'émission atomique avec
plasma induit par haute fréquence (ICP-AES)
(ISO 15151:2018)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 10. Mai 2020 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, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, 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
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	7
5 Reagenzien	7
6 Prüfeinrichtung	8
7 Probenahme	9
8 Vorbereitung der Prüfprobe	9
8.1 Milch und Molke	9
8.2 Trockenmilch, Trockenmolke und Säuglingsnahrung	9
8.3 Käse	9
9 Durchführung	10
9.1 Prüfteilprobe	10
9.1.1 Allgemeines	10
9.1.2 Milch und Molke	10
9.1.3 Trockenmilch, Trockenmolke, Säuglingsnahrung, Butter und Käse	10
9.1.4 Blindprüfung	10
9.2 Zerstörung der organischen Substanz	10
9.2.1 Nassaufschluss	10
9.3 Bestimmung	11
9.3.1 Herstellung der Prüflösung	11
9.3.2 ICP-AES-Messung	11
10 Berechnung und Darstellung der Ergebnisse	13
10.1 Berechnung	13
10.2 Darstellung der Prüfergebnisse	13
11 Präzision	13
11.1 Allgemeines	13
11.2 Wiederholpräzision	14
11.3 Vergleichpräzision	14
12 Prüfbericht	14
Anhang A (informativ) Präzisionsdaten	15
Anhang B (informativ) Anmerkungen zum Nachweisverfahren, zu Interferenzen und zur Quantifizierung	42
Literaturhinweise	45

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 15151:2018 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 15151:2020 durch das Technische Komitee CEN/TC 302 „Milch und Milcherzeugnisse — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ übernommen, 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 Dezember 2020, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Dezember 2020 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.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, 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.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 15151:2018 wurde von CEN als EN ISO 15151:2020 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34, *Food products*, Unterkomitee SC 5, *Milk and milk products* und der International Dairy Federation (IDF) in Zusammenarbeit mit AOAC INTERNATIONAL erarbeitet.

Es wird von ISO und IDF gemeinsam und gesondert durch AOAC INTERNATIONAL veröffentlicht. Das in diesem Dokument beschriebene Verfahren ist dem amtlichen Verfahren der AOAC „Official Method 2011.14: *Minerals and Trace Elements in Infant Formula*“ gleichwertig.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

IDF (en: **International Dairy Federation**) ist eine private, gemeinnützige Organisation, welche auf globaler Ebene die Interessen verschiedener interessierter Parteien der Milchwirtschaft vertritt. Die Mitglieder der IDF sind in Nationalen Komitees organisiert, bei denen es sich um nationale Verbände von Vertretern der in der Milchwirtschaft tätigen nationalen Interessengruppen, einschließlich Milchbauern, milchverarbeitender Industrie, Milcherzeugnislieferanten, Wissenschaftlern und Regierungen/Lebensmittelüberwachungsbehörden, handelt.

ISO und IDF arbeiten in allen Angelegenheiten der Normung zu den Analyse- und Probenahmeverfahren für Milch und Milcherzeugnisse eng zusammen. Seit 2001 veröffentlichen ISO und IDF ihre Internationalen Normen gemeinsam unter Verwendung der Logos und Bezugsnummern beider Organisationen.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. IDF ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Dieses Dokument wurde vom IDF Standing Committee on Analytical Methods for Composition und vom Technischen Komitee ISO/TC 34, *Food products*, Unterkomitee SC 5, *Milk and milk products*, in Zusammenarbeit mit AOAC INTERNATIONAL erarbeitet.

Es wird von ISO und IDF gemeinsam und gesondert von AOAC INTERNATIONAL veröffentlicht. Das in diesem Dokument beschriebene Verfahren ist dem amtlichen Verfahren der AOAC „Official Method 2011.14: *Minerals and Trace Elements in Infant Formula*“ gleichwertig. Sämtliche Arbeiten wurden von dem ISO/IDF Action Team C17 des Standing Committee on Analytical Methods for Composition unter Federführung ihres Projektleiters, Herrn H. Cruijsen (NL), durchgeführt.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren für die quantitative Bestimmung von Calcium (Ca), Kupfer (Cu), Eisen (Fe), Magnesium (Mg), Mangan (Mn), Phosphor (P), Kalium (K), Natrium (Na) und Zink (Zn) mittels induktiv gekoppelter Plasma-Atomemissionsspektrometrie (ICP-AES) fest. Das Verfahren ist auf Milch, Trockenmilch, Butter, Käse, Molke, Trockenmolke, Säuglingsnahrung und Nahrungsergänzungsmittel für Erwachsene in den in Tabelle 1 angegebenen Bereichen anwendbar.

Tabelle 1 — Analytische Bereiche

	Ca	Cu	Fe	Mg	Mn	P	K	Na	Zn
Unterer analytischer Bereich ^a , in mg/100 g	20	0,03	0,5	3	0,01	15	10	10	0,2
Oberer analytischer Bereich ^a , in mg/100 g	1 280	1,2	20	110	1,0	800	2 000	850	18
^a Die Konzentrationen gelten für: — Milch und flüssige Fertignahrung im Istzustand bei Verwendung einer typischen Probengröße von 4 g je Endvolumen der analytischen Lösung von 25 ml und — wiederaufbereitetes Milchpulver, Säuglingsnahrungspulver und pulverförmige Nahrungsergänzungsmittel für Erwachsene (25 g in 200 g Wasser) bei Verwendung einer typischen auf die Masse des wiederaufbereiteten halbflüssigen Breis bezogenen Probengröße je Endvolumen der analytischen Lösung von 25 ml. Bereiche für nicht wiederaufbereitete Milchproduktezutaten (Butter, Käse, Molkepulver, Molkenproteinkonzentrate) werden von diesen Werten ausgehend, basierend auf der für die Zutat verwendeten Probengröße, proportional aufwärts angepasst. Werden z. B. 0,6 g Käse aufgeschlossen, so werden die Bereiche 4 g/0,6 g = 6,7 Mal höher.									

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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).

ISO 648, *Laboratory glassware — Single-volume pipettes*

ISO 1042, *Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks*

ISO 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

3 Begriffe

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

4 Kurzbeschreibung

Die organische Substanz wird durch einen Nassaufschluss mit Salpetersäure in einem druckstabilen Mikrowellennassaufschlussystem oder in einem beliebigen anderen geeigneten Messgerät zur Durchführung von nassen Druckaufschlüssen zerstört und verdünnt. Es wird ein interner Standard verwendet. Die Prüf- und Kalibrierlösungen werden im Plasma eines induktiv gekoppelten Plasmaspektrometers atomisiert, und die Emissionen werden bei geeigneten Wellenlängen unter Anwendung externer Kalibrierung gemessen.

5 Reagenzien

WARNUNG — Die Anwendung dieses Dokuments kann den Umgang mit gefährlichen Substanzen und Ausrüstungsteilen und die Ausführung gefährlicher Arbeitsgänge einschließen. Dieses Dokument erhebt nicht den Anspruch, alle mit seiner Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieses Dokuments, geeignete Verhaltensregeln zur Sicherheit und Gesundheit festzulegen.

Sofern nichts anderes festgelegt ist, werden ausschließlich Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit verwendet.

5.1 Wasser der Qualität 2 nach ISO 3696, sofern nichts anderes angegeben ist.

5.2 Salpetersäure (HNO_3), konzentriert, mit einem Massenanteil von 65 %.

5.3 Salpetersäurelösung (HNO_3) mit einem Volumenanteil von 10 %. HNO_3 (5.2) zu Wasser im Verhältnis 1 : 7 geben und mischen.

5.4 Stammlösungen der Elemente Ca, P, K (jeweils mit einer Massenkonzentration $\rho = 10\,000\text{ mg/l}$) und **Cu, Fe, Mg, Mn, Na, Zn** (jeweils mit $\rho = 1\,000\text{ mg/l}$).

Es wird eine geeignete, vorzugsweise zertifizierte Stammlösung des betreffenden Elements verwendet. Im Handel sind sowohl Stammlösungen von jeweils nur einem Element (Einelement-Stammlösungen) als auch Stammlösungen mehrerer Elemente (Multielement-Stammlösungen) erhältlich, für die jeweils auch angemessene Spezifikationen zur Verfügung stehen, in denen die verwendete Säure (d.h. in der Regel Salpetersäure) und das Herstellungsverfahren angegeben sind. Nach dem Verfallsdatum dürfen die Stammlösungen der Elemente nicht mehr verwendet werden.

5.5 Standardlösungen.

5.5.1 Allgemeines

Je nach Anwendungsbereich können unterschiedliche Multielement-Standardlösungen notwendig sein. Bei der Kombination von Multielement-Standardlösungen müssen in der Regel deren chemische Verträglichkeit und eine mögliche Hydrolyse der Bestandteile berücksichtigt werden. Bei den im Folgenden angegebenen Beispielen werden auch der Messbereich verschiedener ICP-AES-Messgeräte und die erwartete Konzentration der Elemente in Milch und Milcherzeugnissen berücksichtigt.

Sofern die Multielement-Standardlösungen dunkel gelagert werden, gelten sie als für mehrere Monate stabil (wobei das vom Hersteller angegebene Verfallsdatum zu beachten ist). Es dürfen auch andere Kombinationen von Elementen mit anderen Konzentrationen verwendet werden, sofern die Element-Stammlösungen (5.4) mit derselben Säure mit einer ähnlichen Konzentration verdünnt werden, die für die Prüflösung verwendet wurde, um auf diese Weise eine Bandbreite von Standards herzustellen, die die Konzentration der zu bestimmenden Elemente abdeckt.

Die Standard-Arbeitslösungen werden in einer Flasche aus Polyethylen mit hoher Dichte (6.6) gelagert, um jegliche Verunreinigung zu vermeiden.

5.5.2 Standard-Arbeitslösung von Fe, $\rho = 400 \text{ mg/l}$

20,0 ml der Fe-Stammlösung (5.4) werden in einen 50-ml-Messkolben pipettiert. Es wird bis zur 50-ml-Markierung mit Wasser verdünnt. Die Standard-Arbeitslösung wird in eine geeignete Vorratsflasche (6.6) überführt.

5.5.3 Standard-Arbeitslösung von Cu, Mn und Zn, $\rho = 50 \text{ mg Cu, } 50 \text{ mg Mn und } 200 \text{ mg Zn/l}$

5,00 ml Cu, 5,00 ml Mn und 20,0 ml Zn der betreffenden Element-Stammlösung (5.4) werden in einen 100-ml-Messkolben pipettiert. Es wird bis zur 100-ml-Markierung mit Wasser verdünnt. Die Standard-Arbeitslösung wird in eine geeignete Vorratsflasche (6.6) überführt.

5.6 Lösung eines internen Standards, z. B. Yttrium, Indium oder Strontium, $\rho = 1\,000 \text{ mg/l}$.

5.7 H_2O_2 , mit einem Volumenanteil von 30 %.

6 Prüfeinrichtung

Alle Glas- und Kunststoffgeräte, einschließlich der Mikrowellen-Aufschlussgefäße, werden gründlich mit der Salpetersäurelösung (5.3) gereinigt, es wird dreimal mit Wasser (5.1) gespült und trocknen gelassen. Die sauberen Glas- und Kunststoffgeräte werden in einer staubfreien Umgebung gelagert, um sicherzustellen, dass sie bei ihrer Verwendung frei von jeglicher Verunreinigung sind.

Es werden übliche Laborgeräte und insbesondere die folgenden Geräte verwendet:

6.1 Analysenwaage, die in der Lage ist, bei einer Lesbarkeit von 0,1 mg auf 1 mg zu wägen.

6.2 Messkolben mit einer Ringmarke, in verschiedenen Größen, Klasse A nach ISO 1042.

6.3 Pipetten mit einer Ringmarke, in verschiedenen Größen, die die Anforderungen von ISO 648 erfüllen.

6.4 Mikropipetten, die sich auf Füllmengen zwischen 0,100 ml und 1,000 ml und zwischen 1 ml und 5 ml einstellen lassen, mit Pipettenspitzen aus Kunststoff.

6.5 Dispenser, der in der Lage ist, Volumina zwischen 1 ml und 10 ml abzugeben.

6.6 Flaschen aus Polyethylen mit hoher Dichte zur Aufbewahrung der Standard- und Probenlösungen.

6.7 Druckstabiles Mikrowellennassaufschlusssystem mit einer von der Bedienungsperson wählbaren Mikrowellen-Ausgangsleistung zwischen 0 W und 1 800 W, ausgerüstet mit Temperatur- und Druckregelung und einer Luftkühlvorrichtung sowie mit geeigneten Gefäßen mit einem Fassungsvermögen von 75 ml, wie im Handel erhältlich oder solchen gleichwertig.

6.8 ICP-AES-Messgerät.

Das Gerät muss als Mindestanforderung mit einem radialen Plasma ausgestattet sein. Axiales Plasma ist ebenso annehmbar. Sofern notwendig, muss auch eine Untergrundkorrektur vorgenommen werden. Die Einstellungen der Arbeitsbedingungen (z. B. Sichthöhe, Gasströme, Hochfrequenz [HF]- oder Plasmaleistung, Probenaufnahmerate, Integrationszeit, Anzahl der Wiederholungen) müssen nach den Anweisungen des Herstellers optimiert werden.

6.9 Wasserbäder, die in der Lage sind, Temperaturen von $20\,^{\circ}\text{C} \pm 2\,^{\circ}\text{C}$ und $40\,^{\circ}\text{C} \pm 2\,^{\circ}\text{C}$ aufrechtzuerhalten.

6.10 Geeignete Mahlvorrichtung.

6.11 Probenahmeröhrchen.

6.12 Wirbelsprühkammer.

6.13 Konzentrischer Zerstäuber.

7 Probenahme

Eine repräsentative Probe sollte an das Labor gesendet werden. Diese sollte bei Transport oder Lagerung weder beschädigt noch verändert worden sein. Die Probenahme ist nicht Bestandteil des in diesem Dokument festgelegten Verfahrens. Ein empfohlenes Probenahmeverfahren ist in ISO 707 | IDF 50 [1] angegeben.

Die Prüfprobe wird so gelagert, dass eine Qualitätsminderung und Änderungen ihrer Zusammensetzung verhindert werden.

8 Vorbereitung der Prüfprobe

8.1 Milch und Molke

Die Prüfprobe wird in das auf 20 °C gehaltene Wasserbad (6.9) gegeben und sorgfältig gemischt. Falls das Fett im Falle von Milch nicht gleichmäßig dispergiert ist, wird die Prüfprobe in einem auf 40 °C gehaltenen Wasserbad (6.9) langsam erwärmt. Es wird vorsichtig und nur durch Umdrehen gemischt. Sobald die Probe gründlich gemischt ist, wird sie schnell in dem auf 20 °C gehaltenen Wasserbad (6.9) abgekühlt.

8.2 Trockenmilch, Trockenmolke und Säuglingsnahrung

Die Prüfprobe wird in einen Behälter mit einem Fassungsvermögen von annähernd dem Zweifachen des Probenvolumens und ausgerüstet mit einem luftdicht schließenden Deckel überführt. Der Behälter wird sofort verschlossen. Das Milchpulver wird durch wiederholtes Schütteln und Umdrehen des Behälters gründlich gemischt.

8.3 Käse

Die Rinde oder die Schmiere- bzw. Schimmelpilzoberflächenschicht des Käses wird so abgetragen, dass sich eine für die übliche Weise des Verzehrs des Käses repräsentative Prüfprobe ergibt. Die Prüfprobe wird mit Hilfe einer Mahlvorrichtung (6.10) zerkleinert. Die gesamte Masse wird gemischt und vorzugsweise nochmals schnell gemahlen.

Falls sich die Prüfprobe nicht mahlen lässt (wie z. B. im Falle von Weichkäse), wird die gesamte Probe gründlich gemischt. Die vorbehandelte Probe oder ein repräsentativer Teil davon wird unmittelbar darauf in einen Behälter überführt, der mit einem luftdicht schließenden Deckel ausgerüstet ist.

Die Prüfprobe wird so bald wie möglich nach dem Mahlen analysiert. Gemahlener Käse, der unerwünschtes Schimmelwachstum oder Anzeichen von Verderb zeigt, darf nicht untersucht werden.

9 Durchführung

9.1 Prüfteilprobe

9.1.1 Allgemeines

Falls eine Überprüfung auf Einhaltung der Anforderung an die Wiederholpräzision gefordert ist, werden zwei Einzelbestimmungen unter Wiederholbedingungen durchgeführt.

WARNUNG — Beim Einsatz von unter Druck stehenden Systemen (wie z. B. einem druckstabilen Mikrowellennasszerstörungssystem) ist besonders darauf zu achten, dass jegliches Explosionsrisiko vermieden wird. Im Besonderen ist die Größe der Prüfteilprobe zu berücksichtigen. In einem Zerstörungsgefäß mit einem Fassungsvermögen von etwa 75 ml darf von jeder beliebigen Probe höchstens eine Menge aufgeschlossen werden, die einer Trockenmasse von 1 g entspricht.

9.1.2 Milch und Molke

4 g der vorbereiteten Prüfprobe (8.1) werden auf 1 mg in dem Mikrowellengefäß (6.7) oder dem Aufschlussröhrchen eingewogen.

9.1.3 Trockenmilch, Trockenmolke, Säuglingsnahrung, Butter und Käse

1 g der vorbereiteten Prüfprobe (8.2) oder 0,5 g Butter oder 0,5 g bis 0,8 g Käse (8.3) werden für den Druckaufschluss auf 1 mg in dem Mikrowellengefäß (6.7) eingewogen. 0,4 g bis 0,5 g der vorbereiteten Prüfprobe (8.2) oder 0,3 g Butter oder 0,3 g Käse (8.3) werden auf 1 mg in einem Aufschlussröhrchen eingewogen.

Falls die für die Probe geltenden Wiederholbarkeitskriterien nicht eingehalten werden, wird noch ein Vorbereitungsschritt (en: pre-step) durchgeführt, um die Schwankungen der Homogenität zu verringern. Hierzu werden 25 g des Pulvers in 200 g Wasser gelöst und anschließend wird ein Aliquot für die Analyse entnommen.

9.1.4 Blindprüfung

Parallel zum Verfahren der Prüfteilprobe wird eine Blindprüfung nach demselben Verfahren und unter Zugabe der gleichen Reagenzienmengen in den Zerstörungs- (9.2) und Bestimmungsschritten (9.3) zur Prüfteilprobe durchgeführt.

Die zuzugebenden Mengen dürfen verändert werden.

9.2 Zerstörung der organischen Substanz

9.2.1 Nassaufschluss

9.2.1.1 Allgemeines

Es wird entweder ein druckstabiles Mikrowellennassaufschlusssystem (6.7) oder eine beliebige andere zum Nassaufschluss geeignete Messausrüstung verwendet.

9.2.1.2 Druckstabiles Mikrowellennassaufschlusssystem mit internem Standard

Die Gefäße, die die Prüfprobe (9.1.2 oder 9.1.3) und die Blindprobe (9.1.4) enthalten, werden in einen Abzug gestellt. 10 ml Salpetersäure (5.2) und 0,125 ml der internen Standardlösung (5.6) werden zugegeben. Das Gefäß wird vorsichtig geschwenkt und nach einigen Minuten warten verschlossen. Das Gefäß wird in das Mikrowellengerät (6.7) gegeben. Mit Hilfe des druckstabilen Systems wird das in Tabelle 2 angegebene Zerstörungsprogramm durchgeführt.

Tabelle 2 — Zerstörungsprogramm für druckstabile Mikrowellenaufschlussysteme

Schritt	Anfangsleistung W	Zeit min	Endtemperatur °C	Kühlsystem
1	max. 1 800	20	180 bis 200	Niedrig
2	max. 1 800	35	180 bis 200	Niedrig
3	0	15	< 50	Hoch

ANMERKUNG Die Parameter, wie z. B. Art und Volumen der zuzugebenden Reagenzien, die Mikrowellenleistung und die Zerstörungsdauer, können der Art und Größe der aufzuschließenden Prüfprobe entsprechend verändert werden.

9.3 Bestimmung

9.3.1 Herstellung der Prüflösung

9.3.1.1 Nassaufschluss mit einem internen Standard

Die aufgeschlossene Lösung (9.2.1.2) wird unter Ablassen des Drucks auf Atmosphärendruck auf Raumtemperatur abgekühlt.

Allen Röhrchen mit Ausnahme der Blindproben wird 0,5 ml H₂O₂ (5.7) zugegeben, um den Salpeterdampf zu neutralisieren. Der Inhalt des Röhrchens wird quantitativ in ein Probenahmeröhrchen überführt. Mit Wasser wird auf 25 ml verdünnt. Es wird gründlich gemischt. Sofern notwendig, wird mit dem in 9.3.1.2 angegebenen Verdünnungsverfahren fortgefahren.

9.3.1.2 Verdünnung

Die Prüflösung (9.3.1.1) wird dem Typ der Prüfprobe und dem zu messenden Element entsprechend mit Hilfe der Mikropipette (6.4) in dem geforderten Messkolben mit einer Ringmarke (6.2) verdünnt (Verdünnungsfaktor f_1).

ANMERKUNG Die Salpetersäurekonzentration der Prüflösung nach dem Verdünnen ist im Allgemeinen gleich der der Salpetersäurelösung (5.3).

9.3.2 ICP-AES-Messung

9.3.2.1 Allgemeines

Analyselini, Selektivität, Bestimmungs- und Quantifizierungsgrenzen, Präzision, linearer Arbeitsbereich und Interferenzen werden vor Beginn des Betriebs des ICP-AES-Systems ermittelt.

Das Spektrometer wird auf die je nach dem zu bestimmenden Element (Analyt) geforderte Wellenlänge eingestellt (siehe Anhang B). Jeder Wert ist jeweils der Durchschnitt von mindestens drei Einzelmessungen der Prüfprobe und der Standardlösungen. Sofern die Werte in einen annehmbaren Bereich fallen, werden sie gemittelt.

ANMERKUNG Sofern anwendbar, kann ein Ionisierungspuffer verwendet werden.

9.3.2.2 Kalibrierung

Die Volumina und die entsprechenden Konzentrationen in Tabelle 3 sind zur Unterstützung angegeben. Beide werden innerhalb des linearen Bereichs des im gegebenen Fall verwendeten Messgeräts gewählt (mindestens fünf Konzentrationen einschließlich des Nullgliedes).

Die in Tabelle 3 aufgeführten Volumina der einzelnen Lösungen werden mit Hilfe einer Pipette (6.3 oder 6.4) in sechs 100-ml-Messkolben (6.2) überführt. Es wird mit Wasser bis zur Markierung verdünnt und gemischt. Die erhaltenen Kalibrierlösungen sind in Tabelle 3 angegeben.

Die Kalibrierlösung muss die gleiche HNO_3 -Konzentration haben wie die Prüflösung nach dem Verdünnen (9.3.1.2).

Tabelle 3 — Pipettierschema für Kalibrierlösungen und Konzentrationen der einzelnen Elemente

Pipette ml						Elementlösung	Konzentration mg/l					
Kolben-Nr.							Kolben-Nr.					
1	2	3	4	5	6		1	2	3	4	5	6
0	1	2	3	4	5	Ca (5.4)	0	100	200	300	400	500
0	1	2	3	4	5	K (5.4)	0	100	200	300	400	500
0	1	2	3	4	5	P (5.4)	0	100	200	300	400	500
0	3	6	9	12	15	Na (5.4)	0	30	60	90	120	150
0	2	4	6	8	10	Mg (5.4)	0	20	40	60	80	100
0	1	2	3	4	5	Fe (5.5.2)	0	4	8	12	16	20
0	0,2	2	3	4	5	Cu (5.5.3)	0	0,1	1	1,5	2	2,5
						Mn (5.5.3)	0	0,1	1	1,5	2	2,5
						Zn (5.5.3)	0	0,4	4	6	8	10
40	40	40	40	40	40	HNO ₃ (5.3)						
0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	Interner Standard (5.6)						

9.3.2.3 Externes Kalibrierverfahren

Die Kalibrierlösungen (9.3.2.2) werden in aufsteigender Reihenfolge einzeln in das Plasma angesaugt und es werden die Emissionen des zu bestimmenden Elements gemessen. Die für den Korrelationskoeffizienten erhaltenen Ergebnisse sollten besser als 0,999 5 sein.

9.3.2.4 Messung der Prüflösung

Es wird die Anzahl der Zählereignisse (en: number of counts) für die Prüflösung (9.3.1) und die Blindprüfung bei der gewählten Wellenlänge unmittelbar nach den Kalibriermessungen und unter denselben Bedingungen gemessen. Die Prüflösung wird mit dem Nullglied verdünnt (Verdünnungsfaktor f_2), wenn ihr Signal über dem des höchsten Standards liegt. Die Messungen werden wiederholt. Um während der Messung auf jegliche Drift zu prüfen, wird für jedes Element nach jeweils 8 bis 10 Proben mindestens eine die Qualitätskontrolle fortsetzende Kalibrierungsverifizierung (en: quality control continuing calibration verification, QC-CCV;

Ergebnis $100 \pm$ innerhalb von 5 % um den Nennwert) durchgeführt. Bei einigen Messgeräten wird ein interner Standard mitlaufend zugegeben, um die Drift zu berichtigen.

10 Berechnung und Darstellung der Ergebnisse

10.1 Berechnung

Der Gehalt des Elements w wird nach Gleichung (1) oder Gleichung (2) berechnet:

$$w_1 = \frac{\rho \times V}{m \times 1\,000} \times f_1 \times f_2 \quad (1)$$

$$w_2 = \frac{\rho \times V}{m} \times f_1 \times f_2 \quad (2)$$

Dabei ist

- w_1 der nach Gleichung (1) berechnete Gehalt der Prüfprobe an Ca, K, Mg, P oder Na, in Gramm je Kilogramm;
- w_2 der nach Gleichung (2) berechnete Gehalt der Prüfprobe an Cu, Fe, Mn oder Zn, in Milligramm je Kilogramm;
- ρ die mit Hilfe der Software des ICP-AES berechnete Massenkonzentration des Elements in der Prüflösung (9.3.1), angegeben in Milligramm je Liter;
- V das quantitativ überführte (9.3.1) Volumen der aufgeschlossenen Lösungen ($V = 25$ ml), in Milliliter;
- m die Masse der im Verfahren (9.1.2 oder 9.1.3) verwendeten Prüfprobe, in Gramm;
- f_1 der im Vorbereitungsschritt (9.3.1.2) angewendete Verdünnungsfaktor der Prüflösung;
- f_2 der im Messungsschritt (9.3.2.4) angewendete Verdünnungsfaktor der Prüflösung.

Der interne Standard berichtigt im Hinblick auf eine Verdünnung. Die Blindproben müssen im Bereich der Nachweisgrenze liegen. Ist dies nicht der Fall, so werden die Konzentrationen der Prüflösungen korrigiert.

10.2 Darstellung der Prüfergebnisse

Die Prüfergebnisse werden auf drei signifikante Stellen angegeben.

11 Präzision

11.1 Allgemeines

Einzelheiten des Ringversuchs zur Bestimmung der Präzision des Verfahrens sind in Anhang A zusammengefasst. Die aus dem Ringversuch abgeleiteten Werte sind für das 95-%-Wahrscheinlichkeitsniveau angegeben und möglicherweise nicht auf andere als die in Anhang A angegebenen Bereiche der Analytkonzentrationen und/oder -matrizen anwendbar.