

DIN EN 15550



ICS 65.120

Entwurf

Einsprüche bis 2016-12-07
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 15550:2007-12

**Futtermittel –
Probenahme- und Untersuchungsverfahren –
Bestimmung von Cadmium und Blei mittels
Graphitrohrofen-Atomabsorptionsspektrometrie (GF-AAS) nach
Druckaufschluss;
Deutsche und Englische Fassung FprEN 15550:2016**

Animal feeding stuffs –
Methods of sampling and analysis –
Determination of cadmium and lead by graphite furnace atomic absorption spectrometry
(GF-AAS) after pressure digestion;
German and English version FprEN 15550:2016

Aliments des animaux –
Méthodes d'échantillonnage et d'analyse –
Détermination de la teneur en cadmium et en plomb par spectrométrie d'absorption
atomique à four graphite (GF-AAS) après digestion sous pression;
Version allemande et anglaise FprEN 15550:2016

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2016-10-07 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs
besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nal@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL), 10772 Berlin, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten
Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 45 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (FprEN 15550:2016) 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“, (Spiegelausschuss zu CEN/TC 327) 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:

ISO 5725-1	siehe	DIN ISO 5725-1
ISO 11843-1	siehe	DIN ISO 11843-1

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der FprEN 15550 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 15550:2007-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) WARNUNG mit dem Hinweis auf den Einsatz gesundheitsgefährdender Reagenzien aufgenommen;
- b) Hinweis im Anwendungsbereich aufgenommen, dass das Verfahren bei 11 Futtermitteln erfolgreich getestet wurde;
- c) der Abschnitt 3 „Begriffe“ wurde redaktionell überarbeitet und aktualisiert;
- d) der Abschnitt 6 „Geräte“ wurde redaktionell überarbeitet und aktualisiert;
- e) der Unterabschnitt 9.2 „Extrahierbares Blei in Mineralien und Futtermitteln, die Schichtsilikate enthalten – Extraktion mit verdünnter Salpetersäure“ neu aufgenommen;
- f) Tabelle A.1 „Statistische Ergebnisse von Ringversuchen – Cd“ wurde erweitert und aktualisiert;
- g) Tabelle A.2 „Statistische Ergebnisse von Ringversuchen – Pb“ wurde erweitert und aktualisiert;
- h) Literaturhinweise erweitert;
- i) Norm redaktionell überarbeitet und den derzeit gültigen Gestaltungsregeln angepasst.

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

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

DIN ISO 11843-1, *Erkennungsfähigkeit — Teil 1: Begriffe (ISO 11843-1:1997 einschließlich Technisches Korrigendum 1:2003) — Teil 2: Blockaufschluss- und Dampfdestillationsverfahren*

— Leerseite —

Futtermittel — Probenahme und Untersuchungsverfahren — Bestimmung von Cadmium und Blei mittels Graphitrohrofen-Atomabsorptionsspektrometrie (GF-AAS) nach Druckaufschluss

Aliments des animaux — Méthodes d'échantillonnage et d'analyse — Détermination de la teneur en cadmium et en plomb par spectrométrie d'absorption atomique à four graphite (GF-AAS) après digestion sous pression

Animal feeding stuffs — Methods of sampling and analysis — Determination of cadmium and lead by graphite furnace atomic absorption spectrometry (GF-AAS) after pressure digestion

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm

Dokument-Untertyp:

Dokument-Stage: Einstufiges Annahmeverfahren

Dokument-Sprache: D

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	9
8.3.1 Allgemeines	9
8.3.2 Vortrocknen	9
8.3.3 Gefriertrocknungsanlage	9
8.4 Mineralmatrizen	9
9 Durchführung	9
9.1 Aufschluss	9
9.1.1 Allgemeines	9
9.1.2 Druckaufschluss	9
9.2 Extrahierbares Blei in Mineralien und Futtermitteln, die Schichtsilikate (z. B. Kaolinit-Ton) enthalten - Extraktion mit verdünnter Salpetersäure	10
9.3 Kalibrierung	10
9.4 Bestimmung	10
9.4.1 Allgemeines	10
9.4.2 Bestimmung durch AAS-Graphitrohren - Atomabsorptionsspektrometrie	10
10 Berechnung und Angabe der Ergebnisse	11
11 Präzision	12
11.1 Ringversuch	12
11.2 Wiederholpräzision	12
11.3 Vergleichpräzision	12
12 Untersuchungsbericht	13
Anhang A (informativ) Ergebnisse der Ringversuche	15
Anhang B (informativ) Anmerkungen zu Nachweisverfahren, Störungen und quantitativer Bestimmung und Druckaufschluss	18
B.1 Allgemeines	18
B.2 Störungen	18
B.2.1 Allgemeines	18
B.2.2 Spektrale Störungen (Interferenzen)	18
B.2.3 Physikalische Störungen	18
B.2.4 Chemische Störungen	18

B.3	Matrixangleichung.....	19
B.4	Bedingungen für den Druckaufschluss.....	19
B.4.1	Allgemeines	19
B.4.2	Probeneinwaage und Säuremenge	19
B.4.3	Aufschlusstemperatur	19
B.4.4	Aufschlusszeit	19
B.4.5	Aufschlusslösung	19
B.4.6	Blindwertlösung	20
	Literaturhinweise.....	21

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (FprEN 15550:2016) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 327 „Futtermittel - Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zum einstufigen Annahmeverfahren vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 15550:2007 ersetzen.

WARNUNG — Das in dieser Norm beschriebene Verfahren erfordert den Einsatz gesundheitsgefährdender Reagenzien. Diese Norm beansprucht nicht, alle damit 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.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung der Elemente Cadmium und Blei in Futtermitteln mit Graphitrohrföfen-Atomabsorptionsspektrometrie (GF-AAS) nach Druckaufschluss fest.

Das Verfahren wurde bei 11 Futtermitteln im Bereich von 0,015 bis 5,65 mg/kg für Cadmium und 0,18 bis 40,3 mg/kg für Blei erfolgreich geprüft: 2 Alleinfuttermittel (für Schweine und Schafe), 2 Ergänzungsfuttermittel (2 Mineralfuttermittel), 1 Mineralstoffmischung, 4 Einsatzfuttermittel (MgO, 2-Phosphat, CaCO₃) und 2 Futtermittel-Zusatzstoffe (CuSO₄, Bentonit).

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

Die Nachweisgrenze des Verfahrens hängt bei jedem Element sowohl von der Probenmatrix als auch vom verwendeten Gerät ab. Für Cadmium sollte normalerweise eine Bestimmungsgrenze von 0,05 mg/kg erreicht werden, während für Blei eine Bestimmungsgrenze von 0,5 mg/kg erreicht werden sollte.

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 folgenden Begriffe und Definitionen.

3.1

LOD Nachweisgrenze (en: limit of detection)

Konzentration (Massenanteil) aus der kleinsten Messung, die mit angemessener Sicherheit für ein gegebenes analytisches Verfahren bestimmt werden kann

Anmerkung 1 zum Begriff: x_{LOD} bezeichnet die Nachweisgrenze, die als Konzentration (Massenanteil) ausgedrückt wird.

[QUELLE: ISO 11843-1, siehe [1]]

Anmerkung 2 zum Begriff: Bei analytischen Systemen, in denen der Validierungsbereich nicht heranreicht oder die Grenze mit einschließt, braucht die Nachweisgrenze nicht Teil der Validierung zu sein.

[QUELLE: IUPAC 2002, siehe [2]]

Anmerkung 3 zum Begriff: Die verschiedenen konzeptionellen Herangehensweisen an das Thema sind abhängig von der Präzision bei oder nahe der Nullkonzentration (Massenanteil) unter Wiederholpräzision oder Vergleichsbedingungen.

3.2

LOQ Bestimmungsgrenze (en: limit of quantification)

niedrigste Konzentration (Massenanteil) mit zufriedenstellender Messungenaugkeit bestimmt

Anmerkung 1 zum Begriff: x_{LOQ} bezeichnet die Bestimmungsgrenze, die als Konzentration (Massenanteil) ausgedrückt wird.

[QUELLE: ISO 11843-1, siehe [1]]

Anmerkung 2 zum Begriff: Es ist nützlich, eine Konzentration (Massenanteil) anzugeben, unter der das analytische Verfahren nicht mit akzeptabler Präzision arbeiten kann. So eine Präzision ist arbiträr als relative Standardabweichung von 10 % definiert.

Anmerkung 3 zum Begriff: Normalerweise ist die Grenze als ein festes Vielfaches (z. B. 3,3) der Nachweisgrenze festgelegt.

Anmerkung 4 zum Begriff: Messungen unter LOQ sind nicht ohne Informationsgehalt und gebrauchstauglich.

[QUELLE: IUPAC 2002, siehe [2]]

3.3

Futtermittel-Zusatzstoffe

Stoffe, die der in der Verordnung (EG) Nr. 1831/2003 des Europäischen Parlaments und des Rates vom 22. September 2003 über Zusatzstoffe zur Verwendung in der Tierernährung [3] angeführten Definition von Futtermittel-Zusatzstoffen entsprechen

3.4

Futtermittel

Stoffe, die der in der Verordnung (EG) Nr. 178/2002 [4] angeführten Definition von Futtermitteln entsprechen

4 Kurzbeschreibung

Für die Bestimmung der Elemente Cadmium und Blei wird eine Prüfmenge der Probe unter Druck aufgeschlossen.

Die Konzentration der Elemente wird mit dem Graphitrohrföfen-Atomabsorptionsspektrometrie-Verfahren (GF-AAS) unter Anwendung einer externen Kalibrierung bestimmt.

Die Nachweisgrenze des Verfahrens für jedes Element ist sowohl abhängig von der Probenmatrix als auch von dem Typ der Atomisierungseinrichtung und der Anwendung von chemischen Isoformierungsreagenzien. Normalerweise wird ein Probenvolumen von 10 µl bis 20 µl eingesetzt.

5 Reagenzien

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

WARNUNG — Die Anwendung dieser Norm kann mit der Anwendung gefährlicher Stoffe, der Anwendung von Verfahrensschritten und Ausrüstungsgegenständen verbunden sein. Diese Norm kann jedoch nicht alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme anführen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Norm, angemessene Sicherheits- und Gesundheitsvorkehrungen zu treffen und die jeweils zutreffenden Vorschriften zu beachten.

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

5.2 Wasserstoffperoxid, Massenanteil mindestens 30 %.

5.3 Element-Stammlösungen

Cd, Pb

$c = 1\,000\text{ mg/l}$

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.

Stammlösungen sollten nicht nach dem Ablaufdatum verwendet werden.

Element-Stammlösungen mit anderen Konzentrationen als 1 000 mg/l dürfen ebenso verwendet werden.

5.4 Kalibrierlösungen

Eine Reihe von Standardlösungen, einschließlich einer Blindwertkalibrierlösung, ist durch Verdünnen der Element-Stammlösungen (5.3) so herzustellen, dass der lineare Bereich der Kalibrationsfunktion für das zu bestimmende Element eingehalten wird. Eine geeignete, auf die Kalibrierlösungen abgestimmte Matrix muss gegeben sein (siehe Anhang B), z. B. ist die Säurekonzentration der Standards der Säurekonzentration der Proben anzupassen. Die Kalibrierlösungen sind mit Wasser bis zur Marke aufzufüllen.

5.5 Matrix-Isoformierungsreagenz (z. B. Palladiumnitrat-/Magnesiumnitrat-Isoformierungsreagenz)

$\text{Pd}(\text{NO}_3)_2$ -Lösung (Pd-Nitratlösung) ist handelsüblich (Massenkonzentration 10 g/l). 0,259 g $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Mg-Nitratlösung) sind in 100 ml Wasser zu lösen. Die Pd-Nitratlösung ist mit doppelt so viel Mg-Nitratlösung zu mischen. Zehn μl der gemischten Lösung entsprechen 15 μg Pd und 10 μg $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$. Es ist ratsam, diese Lösung nicht länger als eine Woche zu verwenden.

ANMERKUNG Die Kombination von Pd und $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ ist als ein „Universal“-Isoformierungsreagenz anzusehen, das für viele Elemente verwendet wird. Andere mögliche Matrix-Isoformierungsreagenzien, z. B. Palladiumnitrat-Isoformierungsreagenz und Ammoniumdihydrogenphosphat-Isoformierungsreagenz.

5.6 Spülgas und Schutzgas, Argon, Ar, mit einer Reinheit von nicht weniger als 99,99 Volumenprozent.

6 Geräte

Übliche Laborgeräte und insbesondere Folgendes sollte verwendet werden:

6.1 Labormühle

6.1.1 Labormühlen, die so ausgestattet sind, dass die Proben nicht mit den zu bestimmenden Elementen kontaminiert werden können.

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

6.1.3 Labormühle, mit der bis zu einer Teilchengröße von weniger als 0,5 mm oder weniger als 0,1 mm für Mineralmatrizen zerkleinert werden kann, z. B. eine Kugelmühle oder ein gleichwertiges Gerät.

6.1.4 Mörser mit Pistill, frei von Verunreinigungen.

6.1.5 Analysenwaage, mit der auf 1 mg genau gewogen werden kann.

6.2 Druckaufschlussgerät, handelsüblich.

Das Gerät muss auf die Sicherheit der Druckgefäße aus säurefesten Werkstoffen geprüft sein und Einsätze aus säurefestem, kontaminationsarmem Material zur Aufnahme des Probenmaterials haben. Es gibt Geräte, die mit Hochdruckveraschung mit oder ohne äußeren Autoklavendruck arbeiten.

Den Polytetrafluorethylen-(PTFE-)Haltern sind graduierte Quarz-, Perfluorethylenpropylen-(FEP-) oder Perfluoroalkoxy-(PFA-)Halter vorzuziehen. Es wird empfohlen, bei Zersetzungstemperaturen über 230 °C Quarz zu verwenden.

6.2.1 Graphitrohrföfen-Atomabsorptionsspektrometer, mit Untergrundkorrektur, z. B. Zeeman, ausgerüstet mit einem automatischen Probengeber, einer geeigneten Gasversorgung (5.6) und Hohlkathodenlampen oder EDL-Lampen für Blei und Cadmium sind bereitzustellen.

ANMERKUNG Es ist notwendig, ein Abluftsystem über dem Ofen anzubringen, um Rauch und Dämpfe, die schädlich sein könnten, abzuführen.

6.2.2 Graphitrohre, pyrolytisch beschichtet und vorzugsweise mit Plattformen.

6.2.3 Gefriertrocknungsanlage, mit der flüssige Futtermittel gefriergetrocknet werden können.

6.2.4 Ofen zur Vortrocknung, der eine Temperatur von 70 ($\pm$ 5) °C aufrechterhalten kann.

7 Probenahme

Die Probenahme ist nicht Bestandteil des in diesem Dokument festgelegten Verfahrens. Ein empfohlenes Probenahmeverfahren ist in EN ISO 6497 [5]. beschrieben.

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

8 Vorbereitung der Untersuchungsprobe

8.1 Allgemeines

Die Untersuchungsprobe wird nach EN ISO 6498 vorbereitet.

- Das Zerkleinern muss unter Bedingungen erfolgen, bei denen die Substanz nicht nennenswert erwärmt wird.
- Der Arbeitsgang ist so oft wie notwendig zu wiederholen und die Ausführung muss möglichst schnell 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, bei der Änderungen in der Zusammensetzung verhindert werden.
- Vor jedem Einwiegen für die Analyse muss die gesamte Untersuchungsprobe aus Gründen der Homogenität gründlich gemischt werden.

8.2 Futtermittel, die zerkleinert werden können

Die Laborprobe (üblicherweise 500 g) ist mit einer Mühle (6.1.2) oder einem Mörser (6.1.4) 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 Feuchtigkeitsgehaltes für eine Zeitdauer von mindestens 16 h bei $70\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ mittels eines Ofens vorzutrocknen (6.2.4). Die Masse der Probe ist vor und nach dem Vortrocknen mit einer Analysenwaage (6.2) zu bestimmen. Die vorgetrocknete Probe ist nach 8.2 zu zerkleinern.

8.3.3 Gefriertrocknungsanlage

Die Laborprobe wird entsprechend der Gebrauchsanweisung der Gefriertrocknungsanlage (6.2.3) gefriergetrocknet. Die Masse der Probe ist vor und nach dem Gefriertrocknen mit einer Analysenwaage (6.2) zu bestimmen. Die gefriergetrocknete Probe ist nach 8.2 zu zerkleinern.

8.4 Mineralmatrizen

Mineralmatrizen, mit Ausnahme von Mineralstoffprodukten, die Kristallwasser enthalten, z. B. $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, sind mit einer Mühle (6.1.3) oder einem Mörser (6.1.4) zu zerkleinern, bis eine Teilchengröße von 0,5 mm oder weniger erreicht ist. Mineralstoffverbindungen, die Kristallwasser enthalten, sollten nicht zerkleinert werden.

9 Durchführung

9.1 Aufschluss

9.1.1 Allgemeines

Ein Druckaufschluss ist anzuwenden. Er ist nach 9.1.2 durchzuführen.

9.1.2 Druckaufschluss

9.1.2.1 Allgemeines

Die Probeneinwaage ist dem Fassungsvermögen des Aufschlussgefäßes anzupassen, wobei die Herstellerangaben aus Sicherheitsgründen strikt zu beachten sind. Die erforderliche Aufschlusstemperatur und die Aufschlusszeit sind zu bestimmen (EN 13805 [6] und Anhang B).

9.1.2.2 Beispiel für den Mikrowellenaufschluss

Bei Verwendung von 70 ml- bis 100 ml-Gefäßen werden etwa 0,5 g der vorbereiteten Untersuchungsprobe auf 1 mg genau eingewogen. Es werden 3 ml Salpetersäure (5.1) und 0,5 ml Wasserstoffperoxid (5.2) hinzugefügt, und das Aufschlussgefäß und der Druckbehälter werden wie vorgeschrieben verschlossen. Für den Vor-Aufschluss wird das Aufschlussgefäß für etwa 30 min außerhalb der Mikrowelle stehen gelassen. Der Aufschluss beginnt zunächst bei niedriger Mikrowellenenergie und wird bei langsam ansteigender Energiezufuhr bis zum Maximum fortgesetzt, z. B. beginnend mit 100 W, steigern auf 600 W innerhalb von 5 min, für 5 min halten, steigern auf 1 000 W, für 10 min halten, herunterkühlen für mindestens 20 min bis 25 min. Eine Blindwertprobe wird auf die gleiche Weise behandelt.

Die Aufschlusslösung wird wie erforderlich verdünnt und es ist nach 9.3 fortzufahren.

9.1.2.3 Beispiel für einen Hochdruckaufschluss

Bei Verwendung eines 70 ml-Gefäßes werden etwa 0,5 g der vorbereiteten Untersuchungsprobe auf 1 mg genau 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 lang gehalten, anschließend wird abgekühlt. Mit einer Blindwertlösung ist in gleicher Weise zu verfahren.

Die Aufschlusslösung wird wie erforderlich verdünnt und es ist nach 9.3 fortzufahren.

9.2 Extrahierbares Blei in Mineralien und Futtermitteln, die Schichtsilikate (z. B. Kaolinit-Ton) enthalten - Extraktion mit verdünnter Salpetersäure

Etwa 2 g der vorbereiteten Untersuchungsprobe sind auf 1 mg in ein 250 ml Becherglas einzuwiegen. 16 ml verdünnte Salpetersäure (1 Volumen konzentrierter Salpetersäure, nicht weniger als 65 % Massenanteil mit 1 Wasservolumen) ist hinzuzufügen. Etwa 70 ml Wasser sind hinzuzufügen. Das Becherglas ist mit einem Uhrglas abzudecken, und der Becherinhalt ist für 30 min auf einer elektrischen Heizplatte mit Temperaturkontrolle zu kochen. Der Becherinhalt ist abkühlen zu lassen. Die Flüssigkeit ist in einen 100-ml-Messkolben zu überführen, wobei das Becherglas und das Uhrglas mehrmals mit Wasser zu spülen sind. Bis zur Marke mit Wasser auffüllen. Nach dem Homogenisieren ist die Flüssigkeit durch ein trockenes 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

Die Kalibrierung muss durch eine externe Kalibrierung erfolgen, vorzugsweise mit einer Blindwert-Kalibrierlösung und fünf Kalibrierlösungen (5.4) in gleichem Abstand. Eine geeignete Matrixangleichung der Kalibrierlösungen muss durchgeführt werden (siehe Anhang B). Wenn unbekannte Matrixeinflüsse auftreten, ist das Standard-Additions-Verfahren anzuwenden.

Es ist wichtig, dass die Messungen für jedes Element im linearen Bereich der Kalibrierfunktion durchgeführt werden.

9.4 Bestimmung

9.4.1 Allgemeines

Vor dem Betreiben des AAS-Systems müssen Analyselinien, Selektivität, Nachweis- und Bestimmungsgrenzen, Präzision, linearer Arbeitsbereich und Störungen ermittelt werden.

9.4.2 Bestimmung durch AAS-Graphitrohrofen - Atomabsorptionsspektrometrie

Ein Temperaturprogramm für den Graphitrohrofen (6.2.1) besteht gewöhnlich aus vier Schritten: Trocknen, Pyrolyse, Atomisierung und Reinigung. Tabelle 1 gibt Richtlinien für die Einstellwerte der Geräteparameter. Diese Richtlinien sind nur allgemein. Es kann große Unterschiede zwischen den Geräten der verschiedenen Hersteller und zwischen alten und neuen Modellen geben. Es ist empfehlenswert, die vom Hersteller angegebenen Temperaturen am Anfang anzuwenden. Bei unbekannten Probenmatrices sollten die Parameter der Graphitrohrofen-Technik durch Aufnahme von Veraschungs-/Atomisierungskurven optimiert werden.