

DIN EN 16801

ICS 67.120.30

Einsprüche bis 2014-12-31

Entwurf

**Lebensmittel –
Bestimmung von Elementen und ihren Verbindungen –
Bestimmung von Methylquecksilber mit Isotopenverdünnung
GC-ICP-MS in Lebensmitteln marinen Ursprungs;
Deutsche Fassung prEN 16801:2014**

Foodstuffs –

Determination of elements and their chemical species –

Determination of methylmercury by isotope dilution GC-ICPMS in foodstuffs of marine origin; German Version prEN 16801:2014

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2014-10-31 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

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

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de 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/stellungnahme 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 (Hausanschrift: 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 17 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 16801:2014) 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 DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL).

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

Élément introductif — Élément central — Élément complémentaire

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

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: CEN-Umfrage
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.5a

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung	4
4 Chemikalien	4
5 Geräte und Ausrüstung	6
6 Durchführung	7
6.1 Berechnung der zuzufügenden optimalen Aufstockmenge	7
6.2 Vorbereitung der Probe	8
6.3 Bedingungen der ICP-MS	8
6.4 Bedingungen der GC	9
6.5 Verfahrensweisen zur Einstellung des ICP-MS und GC-ICP-MS	9
6.6 Probenmessung	10
7 Berechnung	11
8 Präzision	12
8.1 Allgemeines	12
8.2 Wiederholpräzision	12
8.3 Vergleichpräzision	12
9 Untersuchungsbericht	13
Anhang A (informativ) Validierungsdaten	14
Literaturhinweise	15

Vorwort

Dieses Dokument (prEN 16801:2014) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 275 „Lebensmittelanalytik — Horizontale Verfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wurde unter einem Mandat erarbeitet, das die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone dem CEN erteilt haben.

1 Anwendungsbereich

Der Entwurf dieser Europäischen Norm beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung von Monomethylquecksilber (MMHg) in Lebensmitteln marinen Ursprungs. Das Verfahren wurde in einem Ringversuch an Muscheltgewebe, Tintenfischmuskel, Scherenmuskel von Krabben, Dornhaileber, Walfleisch, Kabeljaumuskel und Muskel des Schwarzen Heilbutts mit Konzentrationen von 0,04 mg/kg bis 3,6 mg/kg Trockenmasse validiert.

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 — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696)*

3 Kurzbeschreibung

Die Probe wird mit einer geeigneten Menge des mit dem Hg-Isotop angereicherten MMHg aufgestockt und mit Tetramethylammoniumhydroxid (TMAH) aufgeschlossen. Nach Einstellung des pH-Wertes, Derivatisierung und Extraktion wird die organische Phase mithilfe der GC-ICP-MS (Gaschromatographie (GC) mit Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS)) analysiert. Die GC trennt die verschiedenen Quecksilberspezies bevor die derivatisierten Spezies (Ethylmethylquecksilber) bei der hohen Temperatur der ICP atomisiert und ionisiert werden. Die Ionen werden über ein System von konusförmigen Lochblenden (Sampler und Skimmer) aus dem Plasma extrahiert und in ein Massenspektrometer überführt und dort nach ihrem Verhältnis von Masse zu Ladung (m/z) getrennt und mit einem Puls(zahl)- und/oder Analogdetektor bestimmt. Die Berechnung des Ergebnisses erfolgt dann mit der Gleichung der Isotopenverdünnung.

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 der Anwendung die Anwendbarkeit einschränkender Vorschriften zu bestimmen.

4 Chemikalien

4.1 Allgemeines

Die Konzentration von Quecksilber in den verwendeten Chemikalien 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, Säuren und anderen Chemikalien von großer Bedeutung. Im Allgemeinen werden ultrareines Wasser mit Qualität 1 nach 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 Kontamination während der Vorbereitungs- und Messschritte sollten spezielle Einrichtungen angewendet werden (z. B. die Anwendung von Sterilbänken oder vergleichbare Reinraumeinrichtungen).