

DIN EN 16943

ICS 67.050

Einsprüche bis 2016-02-04

Entwurf

**Lebensmittel –
Bestimmung von Elementen und ihren Verbindungen –
Bestimmung von Mineralstoffen mit ICP-OES;
Deutsche und Englische Fassung prEN 16943:2015**

Foodstuffs –
Determination of elements and their chemical species –
Determination of minerals by ICP-OES;
German and English version prEN 16943:2015

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2015-12-04 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 58 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 16943:2015) 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).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der prEN 16943 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. Das DIN [und/oder die DKE] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Lebensmittel — Bestimmung von Elementen und ihren Verbindungen — Bestimmung von Mineralstoffen mit ICP-OES

Foodstuffs — Determination of elements and their chemical species — Determination of minerals by ICP-OES

ICS:

Deskriptoren

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

STD Version 2.7f

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung	4
4 Reagenzien	4
5 Geräte	8
5.1 Allgemeines	8
6 Durchführung	8
6.1 Probenvorbereitung	8
6.2 Optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma	8
6.2.1 Arbeitsbedingungen der ICP-OES	8
6.2.2 Bestimmung mit der ICP-OES	8
6.3 Qualitätskontrolle der Analyse	10
7 Berechnung	10
8 Präzision	10
8.1 Allgemeines	10
8.2 Wiederholpräzision	11
8.3 Vergleichpräzision	11
9 Untersuchungsbericht	13
Anhang A (informativ) Spektrale Störungen	14
Anhang B (informativ) Präzisionsdaten	17
Literaturhinweise	28

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 16943:2015) 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.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung von Mineralstoffen und Spurenelementen in Lebensmitteln mit der optischen Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (en: optical emission spectrometry with inductively coupled plasma, ICP-OES) nach Druckaufschluss.

Dieses Verfahren wurde in einem Ringversuch nach ISO 5725 [1] unter Verwendung von Kindernahrung auf Sojabasis, Käse, Hühnchenfleisch, Weizenmehl, Apfelsaft, Hummer und Milch, mit Calcium im Bereich von 70 mg/kg bis 7 178 mg/kg, mit Kupfer im Bereich von 0,60 mg/kg bis 16,40 mg/kg, mit Eisen im Bereich von 0,88 mg/kg bis 77 mg/kg, mit Kalium im Bereich von 605 mg/kg bis 14 312 mg/kg, mit Magnesium im Bereich von 45 mg/kg bis 1 174 mg/kg, mit Mangan im Bereich von 0,44 mg/kg bis 5,12 mg/kg, mit Natrium im Bereich von 11 mg/kg bis 2 220 mg/kg, mit Phosphor im Bereich von 72 mg/kg bis 9 708 mg/kg, mit Schwefel im Bereich von 26 mg/kg bis 8 542 mg/kg und mit Zink im Bereich von 0,16 mg/kg bis 43,5 mg/kg 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 13804:2013, *Lebensmittel — Bestimmung von Elementen und ihren Verbindungen — Allgemeines und spezielle Festlegungen*

EN 13805:2014, *Lebensmittel — Bestimmung von Elementspuren — Druckaufschluss*

3 Kurzbeschreibung

Nach Aufschluss der Probe mit dem in EN 13805 beschriebenen Druckaufschlussverfahren werden die Elemente Calcium, Kalium, Magnesium, Natrium, Phosphor, Schwefel, Eisen, Kupfer, Mangan und Zink mit der ICP-OES [2] quantitativ bestimmt. Die Aufschlusslösung wird zerstäubt, das Aerosol in ein induktiv gekoppeltes Argonplasma geleitet, in dem die Elemente atomisiert und zur Strahlung angeregt werden. Die Emissionsstrahlung wird spektral zerlegt und ihre Intensität an elementspezifischen Wellenlängen mit einem Detektorsystem bestimmt. Ionisationsstörungen können unter Einsatz eines Ionisationspuffers auf ein Mindestmaß verringert werden.

4 Reagenzien

Die Konzentration der Spurenelemente in den Reagenzien und im Wasser muss so gering sein, dass die Ergebnisse der Bestimmung nicht beeinflusst werden.

4.1 Salpetersäure, mindestens $w = 65 \%^{1)}$, Dichte etwa 1,4 g/ml

4.2 Salzsäure, $w = 30 \%$, Dichte = 1,15 g/ml

4.3 Wasserstoffperoxid, $w = 30 \%$

Wasserstoffperoxid (4.3) darf Phosphorsäure als Stabilisierungsmittel enthalten. Bei Verwendung von (auf diese Weise stabilisiertem) Wasserstoffperoxid werden die Proben mit Phosphor kontaminiert, der die Bestimmung von Phosphor stört.

1) w = Massenanteil

4.4 Cäsiumchloridlösung als Ionisationspuffer, z. B. $w = 10 \%$ (siehe 6.2.2)

4.5 Interner Standard, z. B. Yttrium, Scandium, Ytterbium

Abhängig von der Matrix, z. B. bei Proben mit hohem Gesamtsalzgehalt, kann die Anwendung eines internen Standards vorteilhaft sein, um physikalische Störungen (Interferenzen) zu reduzieren. Dabei muss sichergestellt sein, dass durch den internen Standard keine Fehler durch Linieninterferenzen (Linienüberlagerung) entstehen.

ANMERKUNG Sofern ein interner Standard verwendet wird, hat sich gezeigt, dass dieser für alle Elemente des Anwendungsbereichs geeignet ist.

4.6 Stammlösungen, $\rho = 1\,000 \text{ mg/l}^{(2)}$ je Element

Calcium-, Magnesium-, Kalium-, Natrium-, Phosphor-, Schwefel-, Eisen-, Kupfer-, Mangan- und Zink-Einzelementstammlösungen und der verwendete interne Standard.

Die Einzelementstammlösungen dürfen keine der mit dieser Methode zu bestimmenden Elemente als Begleitsubstanzen oder Verunreinigungen enthalten, die die Richtigkeit der Ergebnisse beeinflussen könnten.

Alternativ können auch handelsübliche Mischstammlösungen verwendet werden.

4.7 Standardlösungen, $\rho = 100 \text{ mg/l}$ je Element

Eisen-, Kupfer-, Mangan- und Zink-Standardlösung, hergestellt durch Verdünnen der jeweiligen Stammlösung (4.6).

In jeweils einen 50-ml-Messkolben werden etwa 10 ml Wasser gefüllt, 2 ml Salpetersäure (4.1) werden zugegeben und die Lösung gemischt. Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur werden exakt je 5 ml der Eisen-, Mangan-, Kupfer- und Zink-Stammlösung (4.6) zupipettiert und mit Wasser aufgefüllt. Diese Standardlösungen sind mindestens sechs Monate stabil.

4.8 Element-Bezugslösungen

4.8.1 Allgemeines

Die nachstehend angegebenen Konzentrationen der Bezugslösungen sind beispielhaft und müssen entsprechend der Geräteempfindlichkeit, der Betrachtungsweise (axial oder radial) und dem zu untersuchenden Konzentrationsbereich modifiziert werden. Die Kalibrierung muss, so weit möglich, im linearen Bereich durchgeführt werden. Zur Kalibrierung sollten mindestens 3, im nichtlinearen Bereich 5 Bezugslösungen unterschiedlicher Konzentrationen hergestellt werden. Die Konzentration der Reagenzien (Säuren, gegebenenfalls Ionisationspuffer und interner Standard) muss der in der Probenmesslösung entsprechen.

Die Bezugslösungen werden aus den Stamm- und Standardlösungen (4.6 und 4.7) nach folgendem Schema hergestellt:

2) ρ = Massenkonzentration

4.8.2 Vorbereitung der Messkolben

In einen 100-ml-Messkolben werden 10 ml bis 20 ml Wasser gefüllt, 10 ml Salpetersäure (4.1) und 2 ml Salzsäure (4.2) zugegeben und diese Lösung gemischt. Nach Abkühlen auf Raumtemperatur werden die Stamm- und Standardlösungen zupipettiert. Bei Verwendung eines Ionisationspuffers werden noch 10 ml Cäsiumchloridlösung (4.4) zugegeben. Bei Verwendung eines internen Standards (4.5) wird die entsprechende Menge zugegeben. Alternativ kann der Ionisationspuffer und/oder der interne Standard bei der Messung über ein Y-Stück in den Probenstrom gepumpt werden. Diese Bezugslösungen sind einen Monat stabil.

Aus Stabilitäts- und Reinheitsgründen sollten die Phosphor- und Schwefelbezugslösungen getrennt von den Multielement-Bezugslösungen der Kationen angesetzt werden.

Die folgenden Angaben unter 4.8.1 bis 4.8.5 sind beispielhaft und müssen entsprechend der Geräteempfindlichkeit, der ausgewählten Emissionswellenlänge und der Betrachtungsweise (axial, radial) angepasst werden.

4.8.3 Bezugslösung 1

Die folgenden Mengen der Stammlösungen (4.6) werden in den vorbereiteten 100-ml-Messkolben (4.8.2) pipettiert:

- 1,0 ml Natrium $\rho = 10 \text{ mg/l Natrium};$
- 2,0 ml Kalium $\rho = 20 \text{ mg/l Kalium};$
- 2,0 ml Calcium $\rho = 20 \text{ mg/l Calcium};$
- 1,0 ml Magnesium $\rho = 10 \text{ mg/l Magnesium}.$

Zusätzlich werden die folgenden Mengen der Standardlösungen (4.7) in den gleichen Messkolben pipettiert und mit Wasser aufgefüllt:

- 0,50 ml Eisen $\rho = 0,5 \text{ mg/l Eisen};$
- 0,50 ml Zink $\rho = 0,5 \text{ mg/l Zink};$
- 0,50 ml Mangan $\rho = 0,5 \text{ mg/l Mangan};$
- 0,50 ml Kupfer $\rho = 0,5 \text{ mg/l Kupfer}.$

4.8.4 Bezugslösung 2

Die folgenden Mengen der Stammlösungen (4.6) werden in den vorbereiteten 100-ml-Messkolben (4.8.2) pipettiert:

- 5,0 ml Natrium $\rho = 50 \text{ mg/l Natrium};$
- 10,0 ml Kalium $\rho = 100 \text{ mg/l Kalium};$
- 10,0 ml Calcium $\rho = 100 \text{ mg/l Calcium};$
- 5,0 ml Magnesium $\rho = 50 \text{ mg/l Magnesium}.$

Zusätzlich werden die folgenden Mengen der Standardlösungen (4.7) in den gleichen Messkolben pipettiert und mit Wasser aufgefüllt:

- 2,0 ml Eisen $\rho = 2,0 \text{ mg/l Eisen}$;
- 2,0 ml Zink $\rho = 2,0 \text{ mg/l Zink}$;
- 2,0 ml Mangan $\rho = 2,0 \text{ mg/l Mangan}$;
- 2,0 ml Kupfer $\rho = 2,0 \text{ mg/l Kupfer}$.

4.8.5 Bezugslösung 3

Die folgenden Mengen der Stammlösungen (4.6) werden in den vorbereiteten 100-ml-Messkolben (4.8.2) pipettiert:

- 10,0 ml Natrium $\rho = 100 \text{ mg/l Natrium}$;
- 20,0 ml Kalium $\rho = 200 \text{ mg/l Kalium}$;
- 20,0 ml Calcium $\rho = 200 \text{ mg/l Calcium}$;
- 10,0 ml Magnesium $\rho = 100 \text{ mg/l Magnesium}$.

Zusätzlich werden die folgenden Mengen der Standardlösungen (4.7) in den gleichen Messkolben pipettiert und mit Wasser aufgefüllt:

- 5,0 ml Eisen $\rho = 5,0 \text{ mg/l Eisen}$;
- 5,0 ml Zink $\rho = 5,0 \text{ mg/l Zink}$;
- 5,0 ml Mangan $\rho = 5,0 \text{ mg/l Mangan}$;
- 5,0 ml Kupfer $\rho = 5,0 \text{ mg/l Kupfer}$.

4.8.6 Phosphor- und Schwefel-Bezugslösungen

Die folgende Stammlösung (4.6) wird in den vorbereiteten 100-ml-Messkolben (4.8.2) pipettiert:

- je 1,0 ml Phosphor und Schwefel $\rho = 10,0 \text{ mg/l Phosphor und Schwefel}$;
- je 5,0 ml Phosphor und Schwefel $\rho = 50,0 \text{ mg/l Phosphor und Schwefel}$;
- je 10,0 ml Phosphor und Schwefel $\rho = 100,0 \text{ mg/l Phosphor und Schwefel}$.

4.9 Nullwertlösung

Die Nullwertlösung enthält Wasser, 10 ml Salpetersäure (4.1), 2 ml Salzsäure (4.2), gegebenenfalls 10 ml Cäsiumchloridlösung (4.4) und eine entsprechende Menge der internen Standards (4.5) in 100 ml.

5 Geräte

5.1 Allgemeines

Alle Geräte und Labormaterialien, die direkt mit der Probe und den eingesetzten Lösungen in Berührung kommen, müssen zur Minimierung des Blindwertes sorgfältig nach EN 13804 vorbehandelt/gereinigt werden.

5.2 ICP-OES, optisches Emissionsspektrometer mit induktiv gekoppeltem Argonplasma, Probenzuführungs- und Zerstäubungssystem sowie Gerätesteuerungs- und Auswertungseinheit

6 Durchführung

6.1 Probenvorbereitung

Die Probe wird nach EN 13805 in einem Druckaufschluss mineralisiert.

Bei trockenen, pulverförmigen oder rieselfähigen Materialien (Wassergehalt unter 20 %) werden, bezogen auf eine Einwaage von 400 mg Probe, 2 ml Wasser zugegeben. Die Lösung wird intensiv gemischt, damit die Probe gut im Wasser aufgeschlämmt ist. Salpetersäure (4.1) wird zugegeben und die Lösung gemischt. Zur Bestimmung von Eisen werden, zusätzlich zu der Salpetersäure (4.1), zur Vermeidung von Adsorptionsverlusten 0,5 ml Salzsäure (4.2) in das Aufschlussgefäß gegeben. Die Menge der Salzsäure hängt von der Menge der verwendeten Salpetersäure ab. Die Salzsäure darf erst nach Abklingen der durch die Salpetersäure verursachten Spontanreaktion zugegeben werden. Unmittelbar nach Zugabe der Salzsäure wird das Aufschlussgefäß verschlossen. Der Druckaufschluss sollte kurz danach gestartet werden. Die Aufschlussbedingungen richten sich nach den Angaben des Geräteherstellers, der Reaktivität der Probe, der maximalen Druckstabilität des Aufschlussgefäßes und der erreichbaren Temperatur.

ANMERKUNG Die Richtigkeit der Bestimmung der anderen Elemente wird durch die Zugabe der Salzsäure während des Aufschlusses nicht beeinträchtigt.

Die nach dem Druckaufschluss nach EN 13805 erhaltene Aufschlusslösung wird auf ein definiertes Volumen, z. B. 20 ml, aufgefüllt. Sie kann für die nachfolgenden Elementbestimmungen direkt oder nach Verdünnung eingesetzt werden. In allen Messlösungen muss die gleiche Konzentration an Säuren, gegebenenfalls internem Standard und Ionisationspuffer vorhanden sein wie in den Bezugslösungen.

6.2 Optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma

6.2.1 Arbeitsbedingungen der ICP-OES

Das Gerät wird entsprechend den Herstellerangaben eingestellt und das Plasma gezündet. Nach ausreichender Aufwärmung und Stabilisierung des Gerätes werden die Einstellungen optimiert [3], [4].

6.2.2 Bestimmung mit der ICP-OES

Nach der Optimierung des Gerätes werden die Messungen gestartet. Für die Bestimmung der Elemente und für die internen Standards (Tabelle 2) werden die nachstehenden Wellenlängen (Tabelle 1) empfohlen, die auf mögliche Störungen überprüft wurden (siehe Anhang A, Tabelle A.1). Die Angaben der Wellenlängen in den gerätespezifischen Spektrenbibliotheken können abweichen. Es können weitere Wellenlängen verwendet werden, die im Einzelfall auf mögliche Störungen geprüft werden müssen.

Tabelle 1 — Empfohlene Wellenlängen zur Elementbestimmung

Element	Wellenlängen nm	Mögliche Störungen
Calcium	317,93 315,89 422,67	Ce, Fe, Mo, V Co, OH band Mo, V, Zr
Eisen	259,94 238,20	Co, Mn, Nb Co
Kalium	766,49 769,90 404,72	Ar, Ba, Mg, Ba Ba
Kupfer	324,75 327,40	Cr, Fe, Mo, Nb, Ti, U Co, Nb, Ti, U
Magnesium	279,08 285,21	Fe, Nb, Rh Cr, Fe, Mo, W
Mangan	257,61 293,31	Cr, Fe, Mo, W Al, Cr, Fe, Ti
Natrium	589,59 330,24	Ar, Ba, V Zn
Phosphor	213,62 214,91 177,43	Co, Cu, Fe, Mo, Zn Al, Cu, Fe, Mg Cu
Schwefel	181,97 180,67 182,56	B, Nb, Ni, Pb As, Ca, Co, Ni, Si B, Cu, Mg
Zink	213,86 206,20	Al, As, Cu, Fe, Mg, Ni Cr, Nb

Tabelle 2 — Empfohlene Wellenlängen für interne Standards

Element	Wellenlänge nm
Scandium	361,38
Yttrium	371,03
Ytterbium	328,94

Ionisationsstörungen sind bei der Bestimmung von Natrium und Kalium grundsätzlich möglich. Bei der axialen Erfassung der Plasmaemission sollte im Allgemeinen ein Ionisationspuffer verwendet werden. Bei radialer Erfassung der Emissionsintensität muss sich der Anwender dieser Norm vergewissern, ob durch Optimierung der Beobachtungshöhe und der Gaseinstellungen auf die Verwendung eines Ionisationspuffers verzichtet werden kann. Werden Elementlinien unterhalb von 190 nm verwendet, so ist auf eine ausreichende Inertgasspülung zwischen Plasma und Eintrittspalt sowie des Spektrometers zu achten, damit Sauerstoffabsorptionen kein Driften der Intensitäten verursachen können.

Bei der Zugabe des Ionisationspuffers über ein Y-Stück werden die Volumenverhältnisse so eingestellt, dass die Lösung, die in den Zerstäuber oder in das Plasma gelangt, Cäsiumchlorid im Überschuss enthält (z. B. $w = 1 \%$).

Die Nullwertlösung (4.9) und die Bezugslösungen (4.8) werden gemessen und eine Kalibrierkurve wird aus den Emissionsintensitäten oder Peakflächen und den Konzentrationen erstellt. Bei komplexen Matrices kann die Anwendung des Standard-Additionsverfahrens erforderlich sein.

Die Probenmesslösung wird angesaugt und gemessen. Die ermittelten Peakflächen oder Intensitäten werden über die Kalibrierkurve mittels linearer Regression in Konzentrationseinheiten umgerechnet.

Bei Proben mit hohen Elementkonzentrationen ist vor der nächsten Messung auf eine ausreichende Zeit zum Ausspülen zu achten. Das Ausspülverhalten kann mit Nullwertlösungen (4.9) kontrolliert werden.

Bei der Herstellung von Verdünnungen ist darauf zu achten, dass die verdünnten Messlösungen die gleichen Konzentrationen an Reagenzien wie die ursprünglichen Messlösungen aufweisen.

6.3 Qualitätskontrolle der Analyse

Zur Qualitätskontrolle werden parallel zu jeder Messreihe Kontrollproben mit zuverlässig bekannten Gehalten an den zu bestimmenden Elementen analysiert. Die Kontrollproben sollten alle Analyseschritte durchlaufen, mit dem Aufschluss beginnend. Ebenso werden für jede Aufschlussreihe unter Einbeziehung aller Verfahrensschritte Blindwertlösungen hergestellt und gemessen.

7 Berechnung

Der Massenanteil w , in Milligramm je Kilogramm oder Liter Probe, wird nach Formel (1) berechnet:

$$w = \frac{a \cdot V \cdot F}{m} \quad (1)$$

Dabei ist

- a der Massenanteil der Elemente in der Probenlösung, in Milligramm je Liter;
- V das Volumen der Probenlösung nach dem Aufschluss, in Milliliter;
- F der Verdünnungsfaktor der Probenmesslösung;
- m die ursprüngliche Probenmasse, in Gramm, oder das Probenvolumen, in Milliliter.

Die Ursachen für erhöhte Elementgehalte in der Blindwertlösung müssen abgeklärt und, falls erforderlich, bei der Berechnung der Ergebnisse berücksichtigt werden.

8 Präzision

8.1 Allgemeines

Einzelheiten eines Ringversuchs in Bezug auf die Präzision der Verfahren sind in Anhang B zusammengefasst. Die aus diesem Ringversuch abgeleiteten Werte sind möglicherweise nicht auf andere als die in Anhang B angegebenen Konzentrationsbereiche und Matrices anwendbar.

8.2 Wiederholpräzision

Die absolute Differenz zwischen zwei voneinander unabhängigen einzelnen Untersuchungsergebnissen, die unter Anwendung desselben Verfahrens an identischem Untersuchungsmaterial im selben Laboratorium durch denselben Bearbeiter mit derselben Geräteausrüstung in kurzen Zeitabständen erhalten wurde, wird die in Tabelle 3 angegebenen Werte der Wiederholgrenze r in nicht mehr als in 5 % der Fälle überschreiten.

8.3 Vergleichpräzision

Die absolute Differenz zwischen zwei einzelnen Untersuchungsergebnissen, die unter Anwendung desselben Verfahrens an identischem Untersuchungsmaterial in verschiedenen Laboratorien von verschiedenen Bearbeitern mit verschiedenen Geräten erhalten wurde, wird die in Tabelle 3 angegebenen Werte der Vergleichgrenze R in nicht mehr als 5 % der Fälle überschreiten.

Tabelle 3 — Präzisionsdaten

Probe/Elemente	$\bar{x}$ mg/kg	r mg/kg	R mg/kg
Kindernahrung auf Sojabasis			
Calcium	6 191	591	1 381
Kupfer	4,51	0,54	1,40
Eisen	77,0	5,9	15,0
Kalium	6 733	769	1 035
Magnesium	599	72	128
Mangan	2,19	0,29	0,84
Natrium	2 220	228	304
Phosphor	4 129	399	909
Schwefel	1 234	133	370
Zink	43,5	3,2	8,4
Käse			
Calcium	7 178	394	930
Kupfer	14,66	0,96	2,53
Eisen	2,3	0,4	1,1
Kalium	8 397	879	1 293
Magnesium	587	58	104
Mangan	0,2	-	-
Natrium	2 039	132	235
Phosphor	9 708	1 080	782
Schwefel	5 764	504	1 176
Zink	38,4	3,5	7,1

Hühnchenfleisch			
Calcium	186	18	33
Kupfer	1,50	0,70	1,35
Eisen	24,0	4,4	7,7
Kalium	14 312	473	2 459
Magnesium	1 147	116	242
Mangan	1,35	0,17	0,46
Natrium	1 303	124	145
Phosphor	9 034	1 022	1 911
Schwefel	8 542	465	1 464
Zink	24,8	3,0	4,6
Weizenmehl			
Calcium	305	23	34
Kupfer	2,51	0,33	0,90
Eisen	15,3	1,9	3,9
Kalium	1 325	163	203
Magnesium	397	27	74
Mangan	5,12	0,40	0,92
Natrium	11	3	8
Phosphor	1 466	119	258
Schwefel	1 694	149	320
Zink	11,2	1,2	1,5
Apfelsaft			
Calcium	70	6	9
Kupfer	0,04	-	-
Eisen	0,88	0,11	0,19
Kalium	1 090	99	196
Magnesium	45	3	10
Mangan	0,44	0,05	0,09
Natrium	19	4	9
Phosphor	72	7	15
Schwefel	26	6	13
Zink	0,16	0,04	0,09

Hummer			
Calcium	183	25	32
Kupfer	16,40	2,63	3,13
Eisen	12,1	2,2	2,9
Kalium	871	88	153
Magnesium	85	9	20
Mangan	1,20	0,16	0,27
Natrium	1 175	9	217
Phosphor	973	86	194
Schwefel	876	77	185
Zink	13,9	1,8	3,1
Milch			
Calcium	516	45	209
Kupfer	0,60	0,12	0,21
Eisen	7,7	0,7	1,4
Kalium	605	85	148
Magnesium	53	4	11
Mangan	0,04	-	-
Natrium	186	14	34
Phosphor	319	30	130
Schwefel	177	13	44
Zink	5,1	0,4	0,9

9 Untersuchungsbericht

Der Untersuchungsbericht sollte mit ISO/IEC 17025 [5] übereinstimmen und muss mindestens die folgenden Angaben enthalten:

- a) alle erforderlichen Angaben, die zur Identifizierung der Probe erforderlich sind;
- b) eine Verweisung auf diese Europäische Norm oder auf das angewendete Prüfverfahren;
- c) das Datum der Probenahme und das Probenahmeverfahren (falls bekannt);
- d) das Datum des Probeneingangs;
- e) das Datum, an dem die Untersuchung beendet wurde
- f) die Ergebnisse und die Einheiten, in denen sie angegeben sind;
- g) alle Besonderheiten, die während der Untersuchung festgestellt wurden;
- h) Einzelheiten zu allen Arbeitsschritten, die nicht in diesem Verfahren festgelegt sind oder die als optional angesehen wurden und welche die Ergebnisse möglicherweise beeinflusst haben.

Anhang A (informativ)

Spektrale Störungen

Die Linieninterferenzen (Linienüberlagerung) wurde mit drei Gerätesystemen mit unterschiedlicher Bauart und unterschiedlichem Auflösungsvermögen (Perkin Elmer Optima 3000, Spectro Ciros, Varian Vista) geprüft. Die in der folgenden Tabelle A.1 aufgelisteten Störungen sind mit den angegebenen Konzentrationen geprüft.

Linieninterferenzen werden im Allgemeinen durch die Auflösung des angewendeten Spektrometers und die Untergrund-Korrektur beeinflusst und müssen deshalb immer an dem Spektrometer geprüft werden, das für die Messung eingesetzt wird. Tabelle A.1 kann daher nur als Anhaltspunkt für die Höhe einer Störung dienen.

Tabelle A.1 — Linieninterferenzen

Element (Analyt)	Wellenlänge nm	Störendes Element	Konzentration des störenden Elementes mg/l	Scheinbare Konzentration des Analyten mg/l
Calcium	317,93	Ce	10	> 0,01
		Fe	50	< 0,01
		Mo	10	< 0,01
		V	10	> 0,01
	315,89	Co	10	> 0,01
		Mo	10	> 0,01
	422,67	Mo	10	> 0,01
		V	10	> 0,01
		Zr	10	> 0,01
Eisen	238,20	Co	10	< 0,01
	259,94	Co	10	< 0,01
		Mn	10	< 0,01
		Nb	10	< 0,01
Kalium	766,49	Ba	10	< 0,01
		Mg	200	< 0,01
	769,90	Ba	10	< 0,01
	404,72	Ba	10	< 0,01

Element (Analyt)	Wellenlänge nm	Störendes Element	Konzentration des störenden Elementes mg/l	Scheinbare Konzentration des Analyten mg/l
Kupfer	327,40	Co	10	< 0,01
		Nb	10	> 0,01
		Ti	10	< 0,01
		U	10	> 0,01
	324,75	Cr	10	< 0,01
		Fe	50	< 0,01
		Mo	10	< 0,01
		Nb	10	> 0,1
		Ti	10	< 0,01
		U	10	< 0,01
Magnesium	279,08	Fe	50	> 0,01
		Nb	10	> 0,1
		Rh	10	> 0,1
	285,21	Cr	10	< 0,01
		Fe	50	< 0,01
		Mo	10	< 0,01
Mangan	257,61	W	10	< 0,01
		Cr	10	< 0,01
		Fe	50	< 0,01
		Mo	10	< 0,01
	293,31	W	10	< 0,01
		Al	50	< 0,01
		Cr	10	< 0,01
		Fe	50	< 0,01
Natrium	589,59	Ti	10	< 0,01
		Ba	10	> 1
	330,24	V	10	< 0,01
Phosphor	327,40	Zn	10	> 5
		Co	10	< 0,01
		Cu	10	> 0,2
		Fe	50	< 0,01
		Mo	10	> 0,01
	214,91	Zn	50	> 0,01
		Al	50	< 0,01
		Cu	10	> 0,05
		Fe	50	> 0,05
		Mg	200	< 0,01
	177,43	Cu	10	> 0,01

Element (Analyt)	Wellenlänge nm	Störendes Element	Konzentration des störenden Elementes mg/l	Scheinbare Konzentration des Analyten mg/l
Schwefel	181,97	B	10	< 0,1
		Nb	10	< 0,1
		Ni	10	< 0,1
		Pb	10	< 0,1
	180,67	As	10	< 0,1
		Ca	200	> 2
		Co	10	< 0,1
		Ni	10	< 0,1
		Si	50	< 0,1
	182,56	B	10	> 1
		Cu	10	< 0,1
		Mg	200	< 0,1
Zink	213,86	Al	50	< 0,01
		As	10	< 0,01
		Cu	10	> 0,01
		Fe	50	> 0,01
		Mg	200	< 0,01
		Ni	10	> 0,05
	206,20	Cr	10	> 0,2
		Nb	10	< 0,01