

DIN EN 17265

ICS 67.050

Einsprüche bis 2018-08-29

Entwurf

**Lebensmittel –
Bestimmung von Elementen und ihren Verbindungen –
Bestimmung von Aluminium mit der optischen Emissionsspektrometrie
mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES);
Deutsche und Englische Fassung prEN 17265:2018**

Foodstuffs –

Determination of elements and their chemical species –

Determination of aluminium by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES);

German and English version prEN 17265:2018

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2018-06-29 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 von 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 36 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)



Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17265:2018) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 275 „Lebensmittelanalytik — Horizontale Verfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium 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 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

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

ISO 5725-3 siehe DIN ISO 5725-3

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 5725-3, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 3: Präzisionsmaße eines vereinheitlichten Messverfahrens unter Zwischenbedingungen*

**Lebensmittel — Bestimmung von Elementen und ihren Verbindungen —
Bestimmung von Aluminium mit der optischen Emissionsspektrometrie
mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES)**

Foodstuffs — Determination of elements and their chemical species — Determination of aluminium by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES)

ICS:

Deskriptoren

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

STD Version 2.9d

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	4
5 Reagenzien	4
5.4 Standardlösungen	5
5.4.1 Allgemeines	5
5.4.2 Aluminiumstandardlösung, $\rho = 10 \text{ mg/l}$	5
5.4.3 Rhodium-Standardlösung (Lösung des Internen Standards) $\rho = 10 \text{ mg/l}$	5
5.5 Aluminium-Kalibrierlösungen	5
5.6 Nullpunktlösung	6
6 Prüfeinrichtung	6
7 Verfahren	6
7.1 Aufschluss	6
7.1.1 Allgemeines	6
7.1.2 Aufschlussverfahren	7
7.2 Optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma	8
7.2.1 Arbeitsbedingungen der ICP-OES	8
7.2.2 Bestimmung mit der ICP-OES	8
7.2.3 Qualitätskontrolle	8
8 Auswertung	8
8.1 Berechnung	8
8.2 Genauigkeit	9
8.3 Wiederholpräzision	9
8.4 Vergleichpräzision	9
9 Prüfbericht	10
Anhang A (informativ) Ergebnisse des Ringversuchs	11
Anhang B (informativ) Erläuterungen	14
B.1 Hinweise zu Kontaminationen	14
B.2 Hinweise zu Prüfmengen	14
B.3 Hinweise zum Aufschluss	15
B.4 Referenzmaterialien	15
Anhang C (informativ) Weiterführende Informationen	16
Literaturhinweise	17

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17265:2018) 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

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung von Aluminium in Lebensmitteln mit der optischen Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) nach Druckaufschluss fest. Dieses Verfahren ist geeignet für Massenanteile im Bereich von 15 mg/kg bis 200 mg/kg. Bei Konzentrationen über 200 mg/kg können höhere Aufschluss Temperaturen als 220 °C notwendig sein, um das Aluminium möglichst vollständig zu extrahieren.

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).

EN 13804, *Lebensmittel — Bestimmung von Elementen und ihren Verbindungen — Allgemeines und spezielle Festlegungen*

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

3 Begriffe

Es werden keine Begriffe in diesem Dokument angegeben.

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

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

4 Kurzbeschreibung

Aluminium wird mittels ICP-OES nach Aufschluss der Probe mit Salpetersäure (bei Lebensmitteln mit geringem Wassergehalt unter Zusatz von Wasser) nach dem in EN 13805 beschriebenen Druckaufschlussverfahren, jedoch ohne Verwendung von Flusssäure, quantitativ bestimmt. Die Aufschlussbedingungen sind so gewählt, dass auch bei Proben mit schwerlöslichen Aluminiumverbindungen (z. B. Silikate, Oxide) Minderbefunde gering gehalten werden.

5 Reagenzien

Die Massenkonzentration von Aluminium in den Reagenzien und dem Wasser muss hinreichend gering sein, um die Ergebnisse der Bestimmung nicht zu beeinflussen.

Alle Reagenzien müssen analysenrein sein, d. h. pro analysi (p. a.) oder ähnlich, sofern keine anderslautenden Festlegungen bestehen

Es ist Wasser der Klasse 2 nach EN ISO 3696 zu verwenden.

5.1 Salpetersäure, Massenanteil w = mindestens 65 %, Dichte = 1,4 g/ml

5.2 Aluminium-Stammlösung, Massenkonzentration ρ = 1 000 mg/l

5.3 Scandium-Stammlösung, ρ = 1 000 mg/l als Interner Standard

Scandium ist hier als Beispiel für einen Internen Standard genannt. Außer Scandium haben sich auch Yttrium und Ytterbium als geeignet erwiesen. Der Interne Standard darf in der Probe nur in vernachlässigbar kleiner Menge enthalten sein.

5.4 Standardlösungen

5.4.1 Allgemeines

Bei der Herstellung von Lösungen ist besonders darauf zu achten, dass Kontaminationen vermieden werden. Für Aluminium gibt es verschiedene Kontaminationsquellen, z. B. Messkolben aus Glas. Anhang B dieses Dokuments ist besonders zu beachten.

5.4.2 Aluminiumstandardlösung, $\rho = 10 \text{ mg/l}$

In einen 50-ml-Messkolben werden 10 ml Wasser vorgelegt, 2 ml Salpetersäure (5.1) zugegeben und die Lösung wird gemischt. Nach Abkühlen auf Raumtemperatur werden exakt 500 μl der Aluminium-Stammlösung (5.2) zupipettiert und es wird mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt. Diese Standardlösung ist mindestens 3 Monate haltbar.

5.4.3 Rhodium-Standardlösung (Lösung des Internen Standards) $\rho = 10 \text{ mg/l}$

In einen 50-ml Messkolben werden 10 ml Wasser vorgelegt, 2 ml Salpetersäure (5.1) zugegeben und die Lösung wird gemischt. Nach Abkühlen auf Raumtemperatur werden exakt 500 μl der Scandium-Stammlösung (5.3) zupipettiert und es wird mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt. Diese Standardlösung ist mindestens 3 Monate haltbar.

5.5 Aluminium-Kalibrierlösungen

Die angegebenen Konzentrationen der Kalibrierlösungen sind beispielhaft und dürfen abhängig von der Empfindlichkeit der Messgeräte und dem zu untersuchenden Konzentrationsbereich geändert werden. Die Kalibrierung ist im linearen Bereich des Detektorsystems durchzuführen. Mindestens 3 Kalibrierlösungen unterschiedlicher Konzentrationen sollten hergestellt werden. Es ist darauf zu achten, dass die Säurekonzentration der Kalibrierlösungen der Prüflösung entspricht.

Um Kontaminationen aus dem Gefäßmaterial zu vermeiden, sind keine Messkolben aus Borosilikatglas zu verwenden. Die Hinweise zu Kontaminationen unter B 1 sind zu beachten.

Sämtliche Kalibrier- und Prüflösungen sowie die Nullpunktlösung sind mit dem gleichen Anteil an Lösung des Internen Standards (5.4.3) zu versetzen.

Die Kalibrierlösungen werden aus der Standardlösung (5.4.2) nach folgendem Schema in Tabelle 1 hergestellt:

Tabelle 1 — Beispiel für Aluminium-Kalibrierlösungen

Kalibrierlösung Nr.	Volumen der Standardlösung (5.4.2) μl	Volumen der Lösung des Internen Standards (5.4.3) μl	Massenkonzentration von Aluminium in der Kalibrierlösung mg/l
1	100	2 000	0,05
2	200	2 000	0,10
3	500	2 000	0,25
4	1 000	2 000	0,50
5	2 000	2 000	1,00

BEISPIEL In einen 20-ml-Messkolben werden 4 ml bis 5 ml Wasser vorgelegt, 1,25 ml Salpetersäure (5.1) zugegeben und die Lösung wird gemischt. Nach Abkühlen auf Raumtemperatur werden nach Tabelle 1 die Standardlösung und die Lösung des Internen Standards zupipettiert und es wird mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt. Dann wird die Lösung gemischt.

Alternativ kann die Lösung des Internen Standards bei der Messung über ein Y-Stück in den Probenstrom gepumpt werden. In diesem Fall wird die Lösung des Internen Standards nicht zu den Kalibrierlösungen pipettiert.

ANMERKUNG In dem Beispiel ist die Säurekonzentration der Kalibrierlösung für einen Aufschluss mit 2,5 ml Salpetersäure (5.1), 20 ml Auffüllvolumen und Verdünnungsfaktor 2 (bei Verdünnung mit Wasser) angepasst.

Die Kalibrierlösungen müssen an jedem Arbeitstag frisch hergestellt werden.

5.6 Nullpunktlösung

20 ml Nullpunktlösung enthalten Wasser, 1,25 ml Salpetersäure (5.1) und, nach dem Beispiel unter 5.5, 2000 µl Lösung des Internen Standards (5.4.3).

6 Prüfeinrichtung

Alle Geräte und Laborutensilien, die direkt mit der Probe und den eingesetzten Lösungen in Berührung kommen, müssen zur Minimierung des Blindwertes gründlich nach EN 13804 vorbehandelt/gereinigt werden (Einzelheiten siehe Anhang B). Zusätzlich zu der üblichen Laborausrüstung wird Folgendes verwendet:

6.1 Optisches Emissionsspektrometer mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES), mit induktiv gekoppeltem Argonplasma, Probenzuführungs- und Zerstäubungssystem sowie Gerätesteuereungs- und Auswertungseinheit. Die Geräteeinstellungen müssen die Erfassung der Emissionsintensitäten auf beiden Seiten der Emissionslinie und eine beidseitige Untergrundkorrektur ermöglichen.

6.2 Aufschlussgefäße, z. B. aus Tetrafluorethylen oder Quarz, mit einem Volumen von 70 ml bis 100 ml

6.3 Reagenzglasschüttler, optional

7 Verfahren

7.1 Aufschluss

7.1.1 Allgemeines

Zur Quantifizierung von Aluminium in Lebensmitteln sind insbesondere beim Aufschluss bestimmte Rahmenbedingungen einzuhalten:

- Bei hohen Aluminiumgehalten kann es vorteilhaft sein, eine möglichst kleine Prüfmenge (mindestens 200 mg für trockene Proben) zu verwenden, um die Aluminiumverbindungen möglichst vollständig aufzuschließen. Es ist sicherzustellen, dass die Probe ausreichend homogen ist.
- Proben mit geringem Wassergehalt sind zuerst mit Wasser zu versetzen und intensiv zu mischen, bevor die konzentrierte Salpetersäure zugegeben wird. Wasserstoffperoxid wird nicht eingesetzt.
- Bei silikathaltigen Proben können höhere Aufschluss Temperaturen als 200 °C notwendig sein, um das Aluminium möglichst vollständig zu erfassen.

Weitere Informationen zu Prüfmengen und zum Aufschluss siehe B.2 und B.3.

Für den Druckaufschluss nach EN 13805 dürfen je nach Gerätetyp und Hersteller unterschiedliche Gefäße verwendet werden. Die maximale Prüfmenge und das minimale Flüssigkeitsvolumen hängen von der Druckstabilität der jeweiligen Gefäße ab. Die Angaben nach 7.2 beziehen sich auf Aufschlussgefäße mit einem Volumen von 70 ml bis 100 ml und einer Mindestmenge an Flüssigkeit von 5 ml.

Alle Angaben in 7.2. müssen an das verwendete Aufschlussgerät angepasst werden. Dabei sind aus Sicherheitsgründen die Herstellerangaben streng zu beachten.

7.1.2 Aufschlussverfahren

Um in der fertigen Aufschlusslösung bei verschiedenen Lebensmittelarten vergleichbare Säurekonzentrationen zu erhalten, werden je nach Art des Lebensmittels [7] vor dem Aufschluss unterschiedliche Wassermengen zugesetzt. Die zugesetzte Wassermenge ist abhängig von der Prüfmenge und damit vom Kohlenstoff- und Wassergehalt des Lebensmittels.

Zur Prüfmenge wird nur so viel Wasser zugesetzt, wie erforderlich ist, um das Lebensmittel zu suspendieren. Anschließend wird die Prüfmenge mit Wasser auf 3 g ergänzt. Fetthaltigen Lebensmitteln wird ebenfalls Wasser zugesetzt, auch wenn eine Suspendierung schwer möglich ist

BEISPIEL 1 Beispiel für den Aufschluss eines pulvrigen Lebensmittels: Zum trockenen Lebensmittel, z. B. 0,5 g Mehl, werden 2,5 ml Wasser zugegeben. Der Inhalt des Aufschlussgefäßes wird intensiv, z. B. auf einem Reagenzglasschüttler, gemischt. Dieser Vorgang wird alle 10 min bis 15 min wiederholt, bis eine homogene Suspension entsteht. Es dürfen keine verklumpten Partikel bestehen bleiben und das Probenmaterial muss aufgequollen sein. Fetthaltige Proben benötigen dazu mehr Zeit und wiederholte Schüttelvorgänge. Nach frühestens 30 min werden 2,5 ml Salpetersäure (5.1) zur Probe zugegeben. Es wird wieder gründlich gemischt, sodass eine homogene Suspension entsteht. Nach abgeklungener Vorreaktion wird das Aufschlussgefäß verschlossen und der Aufschluss gestartet.

BEISPIEL 2 Beispiel für den Aufschluss einer Probe mit hohem Wassergehalt, z. B. Salat: Zu 3 g Salat werden direkt 2,5 ml Salpetersäure (5.1) zugegeben und es wird gründlich gemischt. Es ist nicht erforderlich, Wasser zuzugeben. Nach abgeklungener Vorreaktion wird das Aufschlussgefäß verschlossen und der Aufschluss gestartet.

Eine Aufschlusstemperatur von mindestens 200 °C und eine Haltezeit von mindestens 20 min sind für einen vollständigen Aufschluss in der Mikrowelle notwendig.

Die Aufschlussbedingungen richten sich nach den Angaben des Geräteherstellers, der Reaktivität der Probe, der maximalen Druckstabilität des Aufschlussgefäßes und der erreichbaren Temperatur. Zur Überprüfung der laborspezifischen Aufschlussbedingungen ist die Messung von Referenzmaterialien mit zertifiziertem Gehalt empfehlenswert.

Sind Niederschläge oder Trübungen in den Aufschlusslösungen erkennbar, so können Minderbefunde auftreten. In diesen Fällen sollten geringere Prüfmengen und höhere Aufschlusstemperaturen bis zu 300 °C verwendet werden, um mögliche Minderbefunde zu minimieren oder zu vermeiden.

ANMERKUNG 2 Trübungen oder geringe an Gefäßwand oder -boden anhaftende Niederschläge sind nur in Gefäßen mit hoher Transparenz (z. B. aluminiumfreie Quarzgefäße) sichtbar. Kunststoffgefäße sind häufig nicht vollständig transparent, wodurch Niederschläge nur schwer erkennbar sind.

Die nach dem Druckaufschluss erhaltene Aufschlusslösung wird auf ein definiertes Volumen, z. B. 20 ml, aufgefüllt. Ein Aliquot der Aufschlusslösung, z. B. 5 ml, wird mit Internem Standard (5.4.3) versetzt (z. B. 1 000 µl) und mit Wasser auf 10 ml aufgefüllt. Unlösliche Rückstände sind vor der Messung abzutrennen. Bei einem anderen Endvolumen der Aufschlusslösung als 20 ml und einem anderen Verdünnungsfaktor als 2 nach Zugabe des Internen Standards ist die Säurekonzentration der Kalibrierlösungen entsprechend anzupassen. In allen Prüflösungen muss etwa die gleiche Konzentration an Säure vorhanden sein wie in den Kalibrierlösungen. Die Aufschlusslösung muss innerhalb von 2 Wochen gemessen werden.

In Aufschlusslösungen können Matrixeffekte auftreten. Es wird empfohlen, die Aufschlusslösung um den Faktor 10 zu verdünnen, um Matrixeffekte zu reduzieren und eine Kontamination der Geräte zu vermeiden.

Um geringe Aluminiumgehalte sicher bestimmen zu können, ist ein geringes Auffüllvolumen nach dem Aufschluss zu wählen. Bei der Probenvorbereitung sollte besonders darauf geachtet werden, dass Kontaminationen vermieden werden sollten. Siehe auch allgemeine Informationen in Anhang B.

7.2 Optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma

7.2.1 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.

7.2.2 Bestimmung mit der ICP-OES

Nach der Optimierung des Gerätes werden die Messungen gestartet. Für die Bestimmung von Aluminium wird die Wellenlänge 396,15 nm empfohlen. Es ist notwendig, die Emissionsintensität des Untergrundes auf beiden Seiten der Emissionslinie zu erfassen und von der Intensität an der Wellenlänge 396,15 nm zu subtrahieren (beidseitige Untergrundkorrektur).

Alternativ können Emissionslinien aus der Tabelle C.1 verwendet werden, die andere Empfindlichkeiten, aber auch größere Störungen als die empfohlene Wellenlänge aufweisen.

Die Nullpunktlösung (5.6) und die Kalibrierlösungen 1 bis 5 (5.5, Tabelle 1) werden gemessen und aus den Intensitäten der Emissionsstrahlung und den Konzentrationen wird eine Kalibrierkurve erstellt. Bei komplexen Matrices kann die Anwendung des Standard-Additionsverfahrens vorteilhaft sein.

Die Prüflösung der Probe wird angesaugt und gemessen. Die ermittelte und um die Untergrundintensität korrigierte Zählrate wird über die Kalibrierkurve in Konzentrationseinheiten umgerechnet.

Die Konstanz der Emissionsintensitäten für die Kalibrierproben ist in ausreichend kurzen Abständen (z. B. nach 10 Proben) durch die Messung einer Kontrollprobe zu überprüfen. Gegebenenfalls ist das System nachzukalibrieren.

Bei Proben mit hohen Elementkonzentrationen ist auf ausreichendes Ausspülen zu achten, bevor die nächste Prüflösung analysiert wird. Das Ausspülverhalten kann mit der Nullpunktlösung (5.6) kontrolliert werden.

Bei der Herstellung von Verdünnungen ist darauf zu achten, dass die verdünnten Prüflösungen die gleiche Konzentration an Säuren wie die ursprünglichen Prüflösungen aufweisen.

7.2.3 Qualitätskontrolle

Zur Qualitätskontrolle werden parallel zu jeder Messreihe Kontrollproben mit zuverlässig bekannten Gehalten an Aluminium (siehe B.4) zu analysieren. Dabei müssen alle Verfahrensschritte, mit dem Aufschluss beginnend, mit einbezogen werden. Ebenso werden für jede Aufschlussreihe unter Einbeziehung aller Verfahrensschritte Blindwertlösungen hergestellt und gemessen.

8 Auswertung

8.1 Berechnung

Der Massenanteil w , in Milligramm je Kilogramm, oder die Massenkonzentration ρ , in Milligramm je Liter Probe, wird nach Gleichung (1) berechnet:

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

Dabei ist

- a der Massenanteil von Aluminium in der Probenlösung in Mikrogramm je Liter;
- V das Volumen der Probenlösung nach dem Aufschluss in Milliliter;
- F der Verdünnungsfaktor der Probenmesslösung;
- m die/das für den Aufschluss eingesetzte Prüfmenge in Milligramm/Probenvolumen in Mikroliter.

Eine Subtraktion des Blindwertes wird nicht empfohlen. Der Aluminiumgehalt der Blindwertlösung sollte so niedrig sein, dass das Prüfergebnis durch eine Subtraktion nicht maßgeblich verändert wird. Trifft das nicht zu, so sind die Ursachen des Aluminiumgehalts in der Blindwertlösung zu ermitteln und gegebenenfalls ist die Aufschlussreihe zu wiederholen.

8.2 Genauigkeit

Einzelheiten des Ringversuchs zur Genauigkeit der Verfahren sind in Anhang A zusammengefasst. Die aus dieser Prüfung abgeleiteten Werte können möglicherweise nicht auf andere als die in Anhang A angegebenen Konzentrationsbereiche und Matrices angewendet werden.

Das vorliegende Verfahren wurde in einem Ringversuch (im Jahr 2014) mit 11 teilnehmenden Laboratorien validiert. Der Aluminiumgehalt wurde an insgesamt acht Proben mit unterschiedlichen Gehalten an Aluminium — zum Teil als natürlicher und zum Teil als zugesetzter Gehalt nach Tabelle 2 — bestimmt.

8.3 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 2 angegebenen Werte der Wiederholgrenze r in nicht mehr als 5 % der Fälle überschreiten.

8.4 Vergleichpräzision

Die absolute Differenz zwischen zwei einzelnen Untersuchungsergebnissen, die unter Anwendung desselben Verfahrens an identischem Untersuchungsmaterial in verschiedenen Laboratorien von verschiedenen Bearbeitern mit gleichwertigen Geräten erhalten wurde, wird die in Tabelle 2 angegebenen Werte der Vergleichsgrenze R in nicht mehr als 5 % der Fälle überschreiten.