

DIN EN ISO 15151

ICS 67.100.10

Einsprüche bis 2020-03-10

Entwurf

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

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-01-10 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, Saatwinkler Damm 42/43, 13627 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 66 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 prEN ISO 15151 | IDF 229:2019 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.

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 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

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*

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

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)

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm

Dokument-Untertyp:

Dokument-Stage: CEN-Umfrage

Dokument-Sprache: D

STD Version 2.9p

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 Analysenprobe	9
8.1 Milch und Molke	9
8.2 Trockenmilch, Trockenmolke und Säuglingsnahrung.....	9
8.3 Käse	9
9 Durchführung.....	10
9.1 Analysenteilprobe.....	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 Aufschluss 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 Angabe der Prüfergebnisse.....	13
11 Präzision	13
11.1 Allgemeines.....	13
11.2 Wiederholpräzision.....	13
11.3 Vergleichpräzision.....	14
12 Prüfbericht	14
Anhang A (informativ) Präzisionsdaten.....	15
Anhang B (informativ) Anmerkungen zum Nachweisverfahren, zu Interferenzen und zur Quantifizierung.....	31
Literaturhinweise.....	34

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 prEN ISO 15151:2020 durch das Technische Komitee CEN/TC 302 „Milch und Milcherzeugnisse - Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ übernommen, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

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

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (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 Themen 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) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) 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 (die **International Dairy Federation**) ist eine gemeinnützige Privatwirtschaftsorganisation, die die Interessen diverser interessierter Parteien der Milchwirtschaft weltweit 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, Milcherzeugnislieferern, Wissenschaftlern und Regierungen/Lebensmittelüberwachungsbehörden, handelt.

ISO und IDF arbeiten in allen Angelegenheiten der Normung zu den Probenahme- und Analyseverfahren 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 auch 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 der ISO/IDF-Aktionsgruppe zu C17 des Standing Committee on Analytical Methods for Composition unter Federführung ihres Projektleiters, Herrn H. Cruijssen (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

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:

— 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 Nassaufschluss mit Hilfe von Salpetersäure in einem druckbeaufschlagten mikrowellenunterstützten Nassaufschlussystem oder in einem beliebigen anderen für den Nassaufschluss geeigneten Messgerät aufgespalten und verdünnt. Es wird ein interner Standard verwendet. Die Prüf- und Kalibrierlösungen werden in 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, sind ausschließlich Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit zu verwenden.

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 ist eine geeignete, vorzugsweise zertifizierte Stammlösung des betreffenden Elements zu verwenden. 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 in 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 sind in einer Flasche aus Polyethylen hoher Dichte (6.6) zu lagern, 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) in einen 50-ml-Messkolben pipettieren. Bis zur 50-ml-Markierung mit Wasser verdünnen. Die Standard-Arbeitslösung in eine geeignete Vorratsflasche (6.6) überführen.

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) in einen 100-ml-Messkolben pipettieren. Bis zur 100-ml-Markierung mit Wasser verdünnen. Die Standard-Arbeitslösung in eine geeignete Vorratsflasche (6.6) überführen.

5.6 Lösung eines interner 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, gründlich mit der Salpetersäurelösung (5.3) reinigen, dreimal mit Wasser (5.1) spülen und trocknen lassen. Die sauberen Glas- und Kunststoffgeräte sind in einer staubfreien Umgebung zu lagern, um sicherzustellen, dass sie bei ihrer Verwendung frei von jeglichen Verunreinigungen sind.

Zu verwenden sind übliche Laborgeräte und für das hier beschriebene Verfahren die folgenden Geräte:

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

6.2 Messkolben der Klasse A nach ISO 1042 in verschiedenen Größen.

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

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

6.7 Druckbeaufschlagtes mikrowellenunterstütztes Nassaufschlusssystem 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 äquivalent.

6.8 ICP-AES-Messgerät

Als Mindestanforderung an das Messgerät gilt, dass das Plasma radial beobachtbar sein muss. Axiale Beobachtung des Plasmas 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 $20\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ und $40\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ aufrechtzuerhalten.

6.10 Geeignete Reibvorrichtung.

6.11 Probenentnahmerohre.

6.12 Wirbelsprühkammer.

6.13 Konzentrischer Zerstäuber.

7 Probenahme

An das Laboratorium sollte eine repräsentative Probe 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 Analysenprobe ist so zu lagern, dass eine Qualitätsminderung und Änderungen ihrer Zusammensetzung verhindert werden.

8 Vorbereitung der Analysenprobe

8.1 Milch und Molke

Die Analysenprobe in das auf 20 °C gehaltene Wasserbad (6.9) geben und sorgfältig mischen. Falls das Fett im Falle von Milch nicht gleichmäßig dispergiert ist, wird die Analysenprobe in einem auf 40 °C gehaltenen Wasserbad (6.9) langsam erwärmt. Vorsichtig und nur durch Umdrehen mischen. Sobald die Probe gründlich gemischt ist, schnell in dem auf 20 °C gehaltenen Wasserbad (6.9) abkühlen.

8.2 Trockenmilch, Trockenmolke und Säuglingsnahrung

Die Analysenprobe wird in einen Behälter mit einem Fassungsvermögen von annähernd dem Zweifachen des Probenvolumens, der mit einem luftdicht schließenden Deckel ausgerüstet ist, übergeführt. Den Behälter sofort verschließen. 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 Analysenprobe ergibt. Die Analysenprobe wird mit Hilfe einer Reibvorrichtung (6.10) zerkleinert. Die gesamte Masse wird gemischt und vorzugsweise nochmals schnell durch Reiben zerkleinert.

Falls sich die Analysenprobe nicht reiben 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 übergeführt, der mit einem luftdicht schließenden Deckel ausgerüstet ist.

Die Analysenprobe wird so bald wie möglich nach dem Zerkleinern analysiert. Geriebener bzw. zerkleinerter Käse, der unerwünschtes Schimmelwachstum oder Anzeichen von Verderb zeigt, darf nicht untersucht werden.

9 Durchführung

9.1 Analysenteilprobe

9.1.1 Allgemeines

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

WARNUNG — Beim Einsatz von unter Druck stehenden Systemen (wie z. B. einem druckbeaufschlagten mikrowellenunterstützten Nassaufschlusssystem) ist besonders darauf zu achten, dass jegliches Explosionsrisiko vermieden wird. Im Besonderen ist die Größe der Analysenteilprobe zu berücksichtigen. In einem Aufschlussgefäß mit einem Fassungsvermögen von etwa 75 ml ist von jeder beliebigen Probe höchstens eine Menge aufzuschließen, die einer Trockenmasse von 1 g entspricht.

9.1.2 Milch und Molke

4 g der vorbereiteten Analysenprobe (8.1) werden auf 1 mg in das Mikrowellengefäß (6.7) oder das Aufschlussrohr eingewogen.

9.1.3 Trockenmilch, Trockenmolke, Säuglingsnahrung, Butter und Käse

1 g der vorbereiteten Analysenprobe (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 das Mikrowellengefäß (6.7) eingewogen. 0,4 g bis 0,5 g der vorbereiteten Analysenprobe (8.2) oder 0,3 g Butter oder 0,3 g Käse (8.3) werden auf 1 mg in ein Aufschlussrohr 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 Analysenteilprobe wird eine Blindprüfung nach demselben Verfahren und unter Zugabe der gleichen Reagenzienmengen zum Aufschluss (9.2) sowie unter Einhaltung der für die Analysenteilprobe festgelegten Bestimmungsschritte (siehe 9.3.) durchgeführt.

Die zuzugebenden Mengen dürfen verändert werden.

9.2 Aufschluss der organischen Substanz

9.2.1 Nassaufschluss

9.2.1.1 Allgemeines

Es wird entweder ein druckbeaufschlagtes mikrowellenunterstütztes Nassaufschlusssystem (6.7) oder eine beliebige andere zum Nassaufschluss geeignete Messausrüstung verwendet.

9.2.1.2 Druckbeaufschlagtes mikrowellenunterstütztes Nassaufschlusssystem mit internem Standard

Die Gefäße, die die Analysenprobe (9.1.2 oder 9.1.3) und die Blindprobe (9.1.4) enthalten, in einen Abzug stellen. 10 ml Salpetersäure (5.2) und 0,125 ml der internen Standardlösung (5.6) zugeben. Vorsichtig schwenken und einige Minuten abwarten, dann das Gefäß verschließen. Das Gefäß in das Mikrowellengerät (6.7) geben. Danach ist mit Hilfe des druckbeaufschlagten Systems das in Tabelle 2 angegebene Aufschlussprogramm durchzuführen.

Tabelle 2 — Aufschlussprogramm für druckbeaufschlagte mikrowellenunterstützte Aufschlussysteme

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 Aufschlussdauer, können der Art und Größe der aufzuschließenden Analysenprobe 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) unter Ablassen des Drucks auf Atmosphärendruck auf Raumtemperatur abkühlen.

Allen Rohren mit Ausnahme der Blindproben 0,5 ml H₂O₂ (5.7) zugeben, um den Salpeterdampf zu neutralisieren. Den Inhalt des Rohrs quantitativ in ein Probenentnahmerohr überführen. Mit Wasser auf 25 ml verdünnen. Gründlich mischen. Sofern notwendig, mit dem in 9.3.1.2 angegebenen Verdünnungsverfahren fortfahren.

9.3.1.2 Verdünnung

Die Prüflösung (9.3.1.1) wird dem Typ der Analysenprobe und dem zu messenden Element entsprechend mit Hilfe der Mikropipette (6.4) in den geforderten Messkolben (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

Analyselinien, Selektivität, Bestimmungs- und Quantifizierungsgrenzen, Präzision, linearer Arbeitsbereich und Interferenzen sind vor Beginn des Betriebs des ICP-AES-Systems zu ermitteln.

Das Spektrometer wird auf die je nach dem zu bestimmenden Element (Analyt) geforderte Wellenlänge eingestellt (siehe Anhang B). Die einzelnen Werte sind jeweils der Durchschnitt der letzten drei Einzelmessungen der Analysenprobe und der Standardlösungen. Sofern die Werte in einen annehmbaren Bereich fallen, sind sie zu mitteln.

ANMERKUNG Sofern anwendbar, kann ein Ionisationspuffer verwendet werden.

9.3.2.2 Kalibrierung

Die in Tabelle 3 angegebenen Volumina und die entsprechenden Konzentrationen sind Anhaltswerte. Beide sind innerhalb des linearen Bereichs des im gegebenen Fall verwendeten Messgeräts zu wählen (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) übergeführt. Bis zur Markierung mit Wasser verdünnen und mischen. Die erhaltenen Kalibrierlösungen sind in Tabelle 3 angegeben.

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

Tabelle 3 — Pipettierprogramm 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 an bei der gewählten Wellenlänge unmittelbar nach den Kalibriermessungen und unter denselben Bedingungen für die Prüflösung (9.3.1) und die Blindprüfung erhaltenen Zählereignissen gemessen. Die Prüflösung wird verdünnt (Verdünnungsfaktor f_2), wenn ihr Signal beim Nullglied über dem des höchsten Standards liegt. Die Messungen sind zu wiederholen. Um während der Messungen auf Drift zu überprüfen, ist 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) durchzuführen. Bei einigen Messgeräten wird mitlaufend ein interner Standard zugegeben, um in Bezug auf die Drift zu berichtigen.

10 Berechnung und Darstellung der Ergebnisse

10.1 Berechnung

Der Gehalt des Elements, w , ist nach Gleichung (1) oder Gleichung (2) zu berechnen:

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

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

Dabei ist

- w_1 der nach Gleichung (1) berechnete Gehalt der Analysenprobe an Ca, K, Mg, P oder Na, in Gramm je Kilogramm;
- w_2 der nach Gleichung (2) berechnete Gehalt der Analysenprobe 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 übergeführte (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 Analysenprobe, 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 sind die Konzentrationen der Prüflösungen zu korrigieren.

10.2 Angabe der Prüfergebnisse

Die Prüfergebnisse sind auf drei signifikante Stellen anzugeben.

11 Präzision

11.1 Allgemeines

Einzelheiten des Ringversuchs zur Bestimmung der Präzision dieses 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.

11.2 Wiederholpräzision

Es wird erwartet, dass die Ergebnisse des Verfahrens einen Variationskoeffizienten der Wiederholpräzision, $C_{V,r}$, kleiner oder gleich 5 % haben, wie in den genormten Anforderungen an die Leistungsfähigkeit des Verfahrens (en: standard method performance requirements, SMPR) vorgeschrieben. Zur Gesamtwiederholpräzision siehe Tabelle A.1 und zu den einzelnen Leistungsfähigkeiten in Bezug auf die Bestimmung von Calcium, Kupfer, Eisen, Magnesium, Mangan, Phosphor, Kalium, Natrium bzw. Zink siehe Anhang A.

11.3 Vergleichpräzision

Es wird erwartet, dass die Ergebnisse des Verfahrens einen Variationskoeffizienten der Vergleichpräzision, $C_{V,R}$, kleiner oder gleich 10 % haben, wie in den SMPR vorgeschrieben (≤ 16 % für Mn und Cu). Zur Gesamtvergleichpräzision siehe Tabelle A.1 und zu den einzelnen Leistungsfähigkeiten in Bezug auf die Bestimmung von Calcium, Kupfer, Eisen, Magnesium, Mangan, Phosphor, Kalium, Natrium bzw. Zink siehe Anhang A.

12 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss mindestens die folgenden Angaben enthalten:

- a) alle zur Identifizierung der Probe erforderlichen Informationen (Art der Probe, Ursprung und Bezeichnung der Probe);
- b) eine Verweisung auf dieses Dokument, d. h. ISO 15151 | IDF 229;
- c) Datum der Probenahme und Typ des Probenahmeverfahrens (sofern bekannt);
- d) Eingangsdatum;
- e) Datum der Prüfung;
- f) die Prüfergebnisse und die Einheiten, in denen sie angegeben sind;
- g) alle Arbeitsgänge, die nicht im Verfahren festgelegt sind oder als wahlfrei angesehen werden, die Einfluss auf das (die) Ergebnis(se) gehabt haben könnten.

Anhang A (informativ)

Präzisionsdaten

Die in Tabelle A.1 bis Tabelle A.18 angegebenen Daten wurden im Rahmen einer internationalen Ringversuchsstudie erhoben, die 2016 in Übereinstimmung mit ISO 5725-2 [2] und nach dem harmonisierten AOAC-IUPAC-Protokoll für Ringanalyseverfahren durchgeführt wurde, um die Präzisionskennwerte eines Analyseverfahrens [3] zu beurteilen. Die Studie wurde auf der Grundlage der in Literaturhinweis [4] angegebenen Anforderungen durchgeführt.

Tabelle A.1 — Präzisionsdaten für Calcium in Milch und Milcherzeugnissen

Probe	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g
Jahr des Ringversuchs	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Anzahl an Laboratorien	14	13	13	13	13	13	13
Anzahl an nicht konformen Laboratorien	2	2	2	2	2	2	2
Anzahl an Ausreißern (Laboratorien)	0	0	1	2	0	4	0
Anzahl an Laboratorien nach Eliminierung der Ausreißer	12	11	10	9	11	7	11
Anzahl an angenommenen Ergebnissen	24	22	20	18	22	14	20
Mittelwert, mg/100 g	530	116	105	709	689	19,8	494
Wiederholstandardabweichung, s_r , mg/100 g	12,7	2,89	3,45	10,3	33,5	0,42	8,37
Vergleichstandardabweichung, s_R , mg/100 g	24,7	6,77	8,61	23,7	37,8	1,62	19,2
Variationskoeffizient der Wiederholpräzision, $C_{V,r}$, %	2,40	2,48	3,28	1,45	4,86	2,1	1,69
Variationskoeffizient der Vergleichpräzision, $C_{V,R}$, %	4,65	5,82	8,19	3,3	5,49	8,2	3,88
HorRat-Wert	1,06	1,05	1,46	0,79	1,30	1,14	0,87
^a SRM 1849a, ^b Vollmilch, ^c Vollmilchpulver, ^d Molkepulver, ^e Molkenproteinkonzentrat, ^f Butter, ^g Käse.							
ANMERKUNG 1 Die Ergebnisse für SRM 1849a, Vollmilch, Molkepulver, Molkenproteinkonzentrat, Butter und Käse werden in mg/100 g im Istzustand angegeben. Die Ergebnisse für Vollmilchpulver werden in mg/100 g des wiederaufbereiteten Endprodukts angegeben.							
ANMERKUNG 2 SRM 1849a ist der Handelsname eines Produktes der Firma NIST. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Dokuments und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produkts durch ISO oder IDF. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu identischen Ergebnissen führen.							

Tabelle A.2 — Präzisionsdaten für Kupfer in Milch und Milcherzeugnissen

Stichprobe	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g
Jahr des Ringversuchs	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Anzahl an Laboratorien	14	13	13	13	13	13	13
Anzahl an nicht konformen Laboratorien	2	4	3	4	2	7	3
Anzahl an Ausreißern (Laboratorien)	0	2	0	0	0	0	1
Anzahl an Laboratorien nach Eliminierung der Ausreißer	12	7	10	9	11	6	9
Anzahl an angenommenen Ergebnissen	24	14	20	18	22	12	18
Mittelwert, mg/100 g	1,95	0,007	0,006	0,049	0,122	0,023	0,054
Wiederholstandardabweichung, s_r , mg/100 g	0,053	0,000	0,001	0,004	0,008	—	0,004
Vergleichstandardabweichung, s_R , mg/100 g	0,099	0,005	0,004	0,024	0,025	—	0,030
Wiederholpräzision, $C_{V,r}$, %	2,71	4,1	20,7	8,40	6,24	—	7,6
Variationskoeffizient der Vergleichpräzision, $C_{V,R}$, %	5,09	78,2	71,3	48,5	20,7	—	56,1
HorRat-Wert	0,50	3,27	2,91	2,72	1,33	—	3,20

^a SRM 1849a, ^b Vollmilch, ^c Vollmilchpulver, ^d Molkepulver, ^e Molkenproteinkonzentrat, ^f Butter, ^g Käse.

ANMERKUNG Die Ergebnisse für SRM 1849a, Vollmilch, Molkepulver, Molkenproteinkonzentrat, Butter und Käse werden in mg/100 g im Istzustand angegeben. Die Ergebnisse für Vollmilchpulver werden in mg/100 g des wiederaufbereiteten Endprodukts angegeben.

Tabelle A.3 — Präzisionsdaten für Eisen in Milch und Milcherzeugnissen

Stichprobe	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g
Jahr des Ringversuchs	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Anzahl an Laboratorien	14	13	13	13	13	13	13
Anzahl an nicht konformen Laboratorien	2	6	6	4	4	8	5
Anzahl an Ausreißern (Laboratorien)	0	2	0	0	2	1	3
Anzahl an Laboratorien nach Eliminierung der Ausreißer	12	5	7	9	7	4	5
Anzahl an angenommenen Ergebnissen	24	10	14	18	14	8	10
Mittelwert, mg/100 g	17,4	0,016	0,033	0,338	0,662	0,030	0,174
Wiederholstandardabweichung, s_r , mg/100 g	0,23	0,00	0,01	0,13	0,021	—	0,02
Vergleichstandardabweichung, s_R , mg/100 g	0,75	0,01	0,02	0,20	0,11	—	0,03
Variationskoeffizient der Wiederholpräzision, $C_{V,r}$, %	1,30	16	21	37,0	3,13	—	10
Variationskoeffizient der Vergleichpräzision, $C_{V,R}$, %	4,34	35	49	59	16,3	—	20

Stichprobe	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g
HorRat-Wert	0,59	1,69	2,58	4,40	1,35	—	1,34
^a SRM 1849a, ^b Vollmilch, ^c Vollmilchpulver, ^d Molkepulver, ^e Molkenproteinkonzentrat, ^f Butter, ^g Käse.							
ANMERKUNG Die Ergebnisse für SRM 1849a, Vollmilch, Molkepulver, Molkenproteinkonzentrat, Butter und Käse werden in mg/100 g im Istzustand angegeben. Die Ergebnisse für Vollmilchpulver werden in mg/100 g des wiederaufbereiteten Endprodukts angegeben.							

Tabelle A.4 — Präzisionsdaten für Kalium in Milch und Milcherzeugnissen

Probe	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g
Jahr des Ringversuchs	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Anzahl an Laboratorien	14	13	13	13	13	13	13
Anzahl an nicht konformen Laboratorien	2	2	2	2	2	2	3
Anzahl an Ausreißern (Laboratorien)	0	0	0	0	0	1	0
Anzahl an Laboratorien nach Eliminierung der Ausreißer	12	11	11	11	11	10	10
Anzahl an angenommenen Ergebnissen	24	22	22	22	22	20	20
Mittelwert, mg/100 g	932	157	130	1 868	788	40,7	98,7
Wiederholstandardabweichung, s_r , mg/100 g	36,9	3,64	1,63	23,5	10,6	2,9	1,59
Vergleichstandardabweichung, s_R , mg/100 g	42,1	10,2	9,73	287	57,6	8,8	7,5
Variationskoeffizient der Wiederholpräzision, $C_{V,r}$, %	3,96	2,32	1,25	1,26	1,34	7,2	1,61
Variationskoeffizient der Vergleichpräzision, $C_{V,R}$, %	4,52	6,49	7,46	15,4	7,30	21,6	7,6
HorRat-Wert	1,12	1,23	1,37	4,22	1,76	3,34	1,34
^a SRM 1849a, ^b Vollmilch, ^c Vollmilchpulver, ^d Molkepulver, ^e Molkenproteinkonzentrat, ^f Butter, ^g Käse.							
ANMERKUNG Die Ergebnisse für SRM 1849a, Vollmilch, Molkepulver, Molkenproteinkonzentrat, Butter und Käse werden in mg/100 g im Istzustand angegeben. Die Ergebnisse für Vollmilchpulver werden in mg/100 g des wiederaufbereiteten Endprodukts angegeben.							

Tabelle A.5 — Präzisionsdaten für Magnesium in Milch und Milcherzeugnissen

Probe	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g
Jahr des Ringversuchs	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Anzahl an Laboratorien	14	13	13	13	13	13	13
Anzahl an nicht konformen Laboratorien	2	2	2	2	2	4	3
Anzahl an Ausreißern (Laboratorien)	0	0	0	2	0	0	1
Anzahl an Laboratorien nach Eliminierung der Ausreißer	12	11	11	9	11	9	9
Anzahl an angenommenen Ergebnissen	24	22	22	18	22	18	18
Mittelwert, mg/100 g	163	10,2	9,24	202	73,4	1,94	19,9
Wiederholstandardabweichung, s_r , mg/100 g	2,95	0,3	0,352	3,13	0,815	0,164	0,511

Probe	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g
Vergleichstandardabweichung, $s_{R'}$, mg/100 g	5,68	0,9	0,873	9,1	3,61	0,537	1,72
Variationskoeffizient der Wiederholpräzision, $C_{V,r}$, %	1,81	2	3,81	1,55	1,11	8,5	2,57
Variationskoeffizient der Vergleichpräzision, $C_{V,R'}$, %	3,48	9	9,44	4,5	4,92	27,7	8,7
HorRat-Wert	0,66	1,08	1,17	0,88	0,83	2,71	1,20
^a SRM 1849a, ^b Vollmilch, ^c Vollmilchpulver, ^d Molkepulver, ^e Molkenproteinkonzentrat, ^f Butter, ^g Käse.							
ANMERKUNG Die Ergebnisse für SRM 1849a, Vollmilch, Molkepulver, Molkenproteinkonzentrat, Butter und Käse werden in mg/100 g im Istzustand angegeben. Die Ergebnisse für Vollmilchpulver werden in mg/100 g des wiederaufbereiteten Endprodukts angegeben.							

Tabelle A.6 — Präzisionsdaten für Mangan in Milch und Milcherzeugnissen

Probe	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g
Jahr des Ringversuchs	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Anzahl an Laboratorien	14	13	13	13	13	13	13
Anzahl an nicht konformen Laboratorien	2	4	4	5	5	8	5
Anzahl an Ausreißern (Laboratorien)	0	3	2	1	2	2	1
Anzahl an Laboratorien nach Eliminierung der Ausreißer	12	6	7	7	6	3	7
Anzahl an angenommenen Ergebnissen	24	12	14	14	12	6	14
Mittelwert, mg/100 g	4,89	0,002	0,002	0,009	0,009	0,001 0	0,013
Wiederholstandardabweichung, s_r , mg/100 g	0,088	—	0,000	0,004	—	—	0,002
Vergleichstandardabweichung, $s_{R'}$, mg/100 g	0,221	—	0,001	0,005	—	—	0,005
Variationskoeffizient der Wiederholpräzision, $C_{V,r}$, %	1,81	—	3,3	38	—	—	11,531
Variationskoeffizient der Vergleichpräzision, $C_{V,R'}$, %	4,51	—	42,5	50	—	—	39,447
HorRat-Wert	0,51	—	1,49	2,20	—	—	1,824
^a SRM 1849a, ^b Vollmilch, ^c Vollmilchpulver, ^d Molkepulver, ^e Molkenproteinkonzentrat, ^f Butter, ^g Käse.							
ANMERKUNG Die Ergebnisse für SRM 1849a, Vollmilch, Molkepulver, Molkenproteinkonzentrat, Butter und Käse werden in mg/100 g im Istzustand angegeben. Die Ergebnisse für Vollmilchpulver werden in mg/100 g des wiederaufbereiteten Endprodukts angegeben.							

Tabelle A.7 — Präzisionsdaten für Natrium in Milch und Milcherzeugnissen

Probe	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g
Jahr des Ringversuchs	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Anzahl an Laboratorien	14	13	13	13	13	13	13
Anzahl an nicht konformen Laboratorien	2	2	2	2	2	2	3
Anzahl an Ausreißern (Laboratorien)	0	0	0	2	0	1	0