

DIN EN ISO 20647

ICS 67.050

Einsprüche bis 2020-03-10

Entwurf

**Säuglingsanfangsnahrung und Nahrungsergänzungsmittel für Erwachsene –
Bestimmung des Gesamtiods –
Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS)
(ISO 20647:2015);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 20647:2020**

Infant formula and adult nutritionals –
Determination of total iodine –
Inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) (ISO 20647:2015);
German and English version prEN ISO 20647:2020

Formules infantiles et produits nutritionnels pour adultes –
Détermination de la teneur en iode total –
Spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-SM) (ISO 20647:2015);
Version allemande et anglaise prEN ISO 20647:2020

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 41 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 20647 | IDF 234:2015 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 20647 | IDF 234:2015 durch das Technische Komitee CEN/TC 302 „Milch und Milcherzeugnisse — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ übernommen, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-05-13 AA „Milch und Milcherzeugnisse — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ 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 5725-2:1994 siehe DIN ISO 5725-2:2002-12

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 5725-2:2002-12, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens (ISO 5725-2:1994 einschließlich Technisches Korrigendum 1:2002)*

Säuglingsanfangsnahrung und Nahrungsergänzungsmittel für Erwachsene — Bestimmung des Gesamtiods — Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) (ISO 20647:2015)

Formules infantiles et produits nutritionnels pour adultes — Détermination de la teneur en iode total — Spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-SM) (ISO 20647:2015)

Infant formula and adult nutritionals — Determination of total iodine — Inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) (ISO 20647:2015)

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 Kurzbeschreibung	6
3 Reagenzien und Materialien	6
4 Prüfeinrichtung	12
5 Durchführung	13
5.1 Wiederaufbereitung	13
5.2 Vorbereitung der Prüfmuster	13
5.3 Zugabe der Reagenzien	13
5.4 Ofenaufschluss	14
5.5 Mikrowellenaufschluss im offenen Gefäß	14
5.6 Probenfilterung	15
5.7 Probenverdünnung	15
5.8 Bestimmung	16
5.9 Klimatisierung	16
5.10 Kalibrierung	17
5.11 Probenanalyse	17
5.12 Annehmbarkeit der Daten	17
6 Berechnung	18
7 Präzision	18
7.1 Ringversuche	18
7.2 Wiederholpräzision	19
7.3 Vergleichpräzision	19
Anhang A (informativ) Präzisionsdaten	20
Literaturhinweise	21

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 20647 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 20647:2020 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 20647:2015 wurde von CEN als prEN ISO 20647:2020 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 Foreword – Supplementary information.

Die für dieses Dokument verantwortlichen Komitees sind ISO/TC 34, *Food products*, Unterkomitee SC 5, *Milk and milk products* und die International Dairy Federation (IDF) in Zusammenarbeit mit AOAC INTERNATIONAL. Es wird von ISO und IDF gemeinsam und gesondert durch AOAC INTERNATIONAL veröffentlicht. Das in dieser Internationalen Norm beschriebene Verfahren ist dem amtlichen Verfahren der AOAC „Official Method 2012.15: *Total iodine in infant formula and adult/pediatric nutritional formula — Inductively coupled plasma-mass spectrometry*“ gleichwertig.

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.

ISO 20647 | IDF 234 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 dieser Internationalen Norm beschriebene Verfahren ist dem amtlichen Verfahren der AOAC „Official Method 2012.15: *Total iodine in infant formula and adult/pediatric nutritional formula — Inductively coupled plasma-mass spectrometry*“ gleichwertig.

Sämtliche Arbeiten wurden von der ISO/IDF-Projektgruppe C37 des Standing Committee on *Analytical Methods for Composition* unter Federführung ihres Projektleiters, Herrn Erik Konings (CH), durchgeführt.

WARNUNG — Die Anwendung dieser Internationalen Norm kann den Umgang mit gefährlichen Substanzen und Ausrüstungsteilen und die Ausführung gefährlicher Arbeitsgänge einschließen. Diese Internationale Norm erhebt nicht den Anspruch, alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Internationalen Norm, geeignete Verhaltensregeln zur Sicherheit und Gesundheit festzulegen und vor der Anwendung zu klären, ob einschränkende Vorschriften zu berücksichtigen sind.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren zur quantitativen Bestimmung des Gesamtiods in Säuglingsnahrung und Nahrungsergänzungsmitteln für Erwachsene fest. [1] Dieses Verfahren ist für die Messung des Gesamtiods in Säuglingsnahrung und Nahrungsergänzungsmitteln für Erwachsene im Bereich von 0,5 µg/100 g bis 1 500 µg/100 g des wiederaufbereiteten Endprodukts und für Fertignahrungserzeugnisse im Bereich von 2,5 µg/100 g bis 1 000 µg/100 g mittels ICP-MS anwendbar.

Das Verfahren wurde einem Ringversuch unter Verwendung mehrerer Säuglingsnahrungsprodukte und Nahrungsergänzungsmittel für Erwachsene unterzogen. Die erhaltenen Mengen lagen im Bereich von 3,47 µg/100 g bis 124 µg/100 g. Für alle die Ringversuchsstudie betreffenden Präzisionsdaten siehe Tabelle A.1 in Anhang A.

2 Kurzbeschreibung

Der Aufschluss erfolgt mit Hilfe einer Kaliumhydroxid(KOH)-Lösung in einem Ofen oder in einem Mikrowellensystem im offenen Gefäß. Das Iod wird nach dem Aufschluss mit Hilfe von Ammoniumhydroxid und Natriumthiosulfat stabilisiert. Die Lösung wird auf das Volumen gebracht und anschließend filtriert. Das Filtrat wird entweder direkt oder nach Verdünnung mittels Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) analysiert.

3 Reagenzien und Materialien

Sofern nichts anderes angegeben ist, sind bei der Analyse ausschließlich Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit und destilliertes oder entmineralisiertes Wasser oder Wasser von gleichwertiger Reinheit zu verwenden. Gleichwertige Chemikalien und Reagenzien dürfen verwendet werden.

3.1 KOH-Pellets, ACS-zertifiziert, z. B. Fisher Scientific, Fairlawn, NJ¹.

ANMERKUNG KOH kann Hintergrundniveaus an Iod beitragen.

3.2 Ammoniumhydroxid (NH₄OH), 28 % bis 30 % (m/m), ACS PLUS-zertifiziert, Fisher Scientific¹.

3.3 Natriumthiosulfat (Na₂S₂O₃), mit einer Reinheit ≥ 99,99 %, auf Metallbasis, Fisher Scientific¹.

3.4 Tensid, z. B. Triton®X-100, Sigma, St. Louis, MO¹.

3.5 Konzentrierte Salpetersäure (HNO₃), Optima, hochrein, Fisher Scientific¹.

3.6 Perchlorsäure (HClO₄), 70 % (m/m).

3.7 Gereinigtes Wasser, 18 MΩ/cm.

1 Dies ist ein Beispiel für ein geeignetes, im Handel erhältliches Produkt. 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.

3.8 Bezugsstandards

3.8.1 Iodid-Standardlösung in Wasser, Massenkonzentration $\rho = 1\,000\ \mu\text{g/ml}$, SPEX CertiPrep¹.

3.8.2 Iodid-Standardlösung in 1 % Triethylamin (TEA), $\rho = 1\,000\ \mu\text{g/ml}$, Inorganic Ventures¹.

3.8.3 Standard-Bezugsmaterial (SRM), National Institute of Standards and Technology (NIST) SRM 1849a, Infant/Adult Nutritional Formula (Säuglingsanfangsnahrung/Nahrungsergänzungsmittel für Erwachsene).

Beide Stamm-Iodid-Bezugslösungen dürfen zur Herstellung der Zwischen- und Arbeitsstandardlösungen verwendet werden. Die verbleibende Quelle darf als Standard für die fortlaufende Kalibrierungsverifizierung (en: continuing calibration verification, CCV) verwendet werden. Ersatzweise dürfen gleichwertige Bezugsstandards verwendet werden. „Iodid“ darf in dieser Internationalen Norm durchgehend als „Iod“ bezeichnet werden.

3.9 Interne Standards

3.9.1 Praseodym(Pr)-Standardlösung in 5 % HNO₃, $\rho = 10\ \mu\text{g/ml}$, Inorganic Ventures¹.

Einzelwerte für Iod werden im Prüfbericht für jede Analysenprobe angegeben, bei der Praseodym als interner Standard verwendet wird. Ersatzweise dürfen gleichwertige Stammlösungen des internen Standards verwendet werden.

3.10 Herstellung der Reagenzienlösungen

3.10.1 Allgemeines

Alle Reagenzienlösungen sind je nach Empfehlung entweder auf eine bestimmte Massen- oder eine Volumenkonzentration herzustellen. Eine Einstellung in Bezug auf die Reinheit und/oder Konzentration ist nicht gefordert.

3.10.2 KOH-Lösung, $\rho = 50\ \text{g/l}$

25 g KOH-Pellets werden in einer angemessenen Menge gereinigten Wassers gelöst und anschließend mit 500 ml gereinigtem Wasser verdünnt. Diese Lösung darf mit Hilfe eines zum Re-pipettieren geeigneten Messflaschenaufsatzdispensers zugegeben werden. Diese Lösung ist bei Raumtemperatur aufzubewahren. Dieses Reagens hat eine Verfallsdauer von 6 Monaten ab dem Herstellungsdatum.

3.10.3 Stabilisatorkonzentrat

5 g Na₂S₂O₃ werden in einer angemessenen Menge gereinigten Wassers gelöst, es werden 50 ml NH₄OH zugegeben, und anschließend wird mit gereinigtem Wasser auf 500 ml verdünnt. Daraus ergibt sich eine Konzentration von 10 % NH₄OH und 1 % Na₂S₂O₃ in gereinigtem Wasser. Diese Lösung ist bei Raumtemperatur aufzubewahren. Dieses Reagens hat eine Verfallsdauer von 6 Monaten ab dem Herstellungsdatum.

3.10.4 Waschlösung (Spülbad)

2 g des Tensids (3.4) werden in einer angemessenen Menge gereinigten Wassers gelöst, es werden 20 ml NH₄OH zugegeben, und anschließend wird mit gereinigtem Wasser auf 2 000 ml verdünnt. Daraus ergibt sich eine Konzentration von 1 % NH₄OH und 0,1 % Tensid in gereinigtem Wasser. Diese Lösung darf mit Hilfe eines zum Re-pipettieren geeigneten Messflaschenaufsatzdispensers zugegeben werden. Diese Lösung ist bei Raumtemperatur aufzubewahren. Dieses Reagens hat eine Verfallsdauer von 6 Monaten ab dem Herstellungsdatum.

3.10.5 Verdünnungsmittel

10 g KOH-Pellets und 0,4 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ werden in einer angemessenen Menge gereinigten Wassers gelöst, es werden 4 ml NH_4OH zugegeben, und anschließend wird mit gereinigtem Wasser auf 2 000 ml verdünnt. Diese Lösung ist bei Raumtemperatur aufzubewahren. Dieses Reagens hat eine Verfallsdauer von 6 Monaten ab dem Herstellungsdatum.

Um ein kleineres Volumen zu erhalten, sind alternativ 50 ml von 5 % KOH und 10 ml des Stabilisatorkonzentrats (3.10.3) mit gereinigtem Wasser auf 500 ml zu verdünnen. Damit ergeben sich für die beiden Präparate Konzentrationen von 0,5 % KOH, 0,2 % NH_4OH , und 0,02 % $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ in gereinigtem Wasser. Diese Lösung ist bei Raumtemperatur aufzubewahren. Dieses Reagens hat eine Verfallsdauer von 6 Monaten ab dem Herstellungsdatum.

3.10.6 Klimatisierlösung

Diese ist durch Aliquotierung von 25 ml der KOH-Lösung (3.10.2) und anschließendes Verdünnen mit gereinigtem Wasser auf 250 ml herzustellen. Diese Lösung dient zur Vorbereitung des Messgeräts auf die Analyse. Daraus ergibt sich eine Konzentration von 5 g/l KOH. Diese Lösung ist bei Raumtemperatur aufzubewahren. Dieses Reagens hat eine Verfallsdauer von 6 Monaten ab dem Herstellungsdatum.

3.10.7 Trägerlösung

Diese Lösung ist der Waschlösung (3.10.4) gleichwertig. Die Trägerlösung wird verwendet, um die Probenlösung durch das ICP-MS-Autosampler-Einführsystem an den Zerstäuber zu liefern. Die Trägerlösung wird über eine Schlauchradpumpe mit einer Polyvinylchlorid-Pumpenrohrleitung mit zwei Stopps und einem Innendurchmesser (id) von 0,76 mm eingeführt. Diese Lösung ist bei Raumtemperatur aufzubewahren. Dieses Reagens hat eine Verfallsdauer von 6 Monaten ab dem Herstellungsdatum.

3.11 Herstellung der Standardlösungen

3.11.1 Allgemeines

Stammlösungen sind bis zu dem auf dem Analysezertifikat angegebenen Verfallsdatum stabil. Die als Zwischenstamm-Standard, Kalibrierstandard, für die fortlaufende Kalibrierungsverifizierung und als interner Standard zu verwendenden Lösungen sind bei Raumtemperatur bis zum frühesten der Verfallsdaten aller zur Herstellung der Lösung verwendeten Komponenten stabil. Diese Lösungen sind unmittelbar für die Analyse einsatzbereit. Sie dürfen keinem der verschiedenen für die Vorbereitung der eigentlichen Proben (der d. h. Säuglingsanfangsnahrungen und Nahrungsergänzungsmittel für Erwachsene) angewendeten Verfahren unterzogen werden.

3.11.2 Iod- und Praseodym-Stammlösungen

Es wird empfohlen, die Standard-Stammlösungen von Iod und Praseodym mit beigefügten Analysezertifikaten käuflich zu erwerben.

3.11.3 Zwischenstandard-Stamm(ISS)-Iodlösungen

Die Zwischenstandard-Stamm-Iodlösungen (en: intermediate stock standard [ISS] iodine solutions) sind nach Tabelle 1 herzustellen.

Diese ISS-Lösungen werden zur Herstellung des Kalibrierstandards verwendet und üblicherweise nach Tabelle 1 hergestellt. Bei den hier angegebenen ISS-Konzentrationen handelt es sich um Nennwerte. Anhand der im Analysezertifikat angegebenen Stamm-Iodkonzentration ist die genaue Konzentration jedes ISS zu bestimmen. Es sollte eine Pipette mit elektronisch einstellbarem Volumen verwendet werden, die in der Lage ist, 100 µl bis 5 000 µl abzugeben.

Tabelle 1 — Herstellung der Zwischenstandard-Stamm(ISS)-Iodlösungen

Kennung der Iod-Standard-lösung	Kennung der für die Herstellung verwendeten Lösung	Anfängliche Iod-konzentration ng/ml	Aliquotier-Volumen ml	Endvolumen ml	End-Iod-konzentration ng/ml
10 000 (ISS)	Stamm	1 000 000	0,5	50	10 000
1 000 (ISS)	10 000 (ISS)	10 000	5	50	1 000
10,0 (ISS)	1 000 (ISS)	1 000	0,5	50	10,00

Die angemessene Menge der Iod-Standardlösung ist in ein 50-ml-Einmalrohr (4.1) aliquotieren, 5 ml des Stabilisatorkonzentrats (3.10.3) zugeben, bis zu der auf dem Rohr angebrachten 50-ml-Markierung mit Wasser auffüllen, das Rohr mit der Verschlusskappe versehen und anschließend gründlich mischen. Auf diese Weise ergibt sich eine Matrixkonzentration von 1 % NH₄OH und 0,1 % Na₂S₂O₃ in Wasser.

3.11.4 Kalibrierstandard(CS)-Iodlösungen

Die Zwischenstandard-Stamm-Iodlösungen (en: intermediate stock standard [ISS] iodine solutions) sind nach Tabelle 2 herzustellen.

Übliche CS-Standardkonzentrationen haben Nennwerte von 0,250 ng/ml, 0,500 ng/ml, 1,00 ng/ml, 10,0 ng/ml, 50,0 ng/ml und 100 ng/ml Iod und werden üblicherweise nach Tabelle 2 hergestellt. Die Kalibrierblindprobe ist der Nullpunkt der Kurve. Bei Nutzung eines Perkin Elmer² ICP-MS mit ELAN²-Software sollte der verwendete Kurventyp linear durch Null verlaufen. Bei Nutzung eines Agilent²- oder Thermo²-ICP-MS ist die Kurve durch die Kalibrierblindprobe zu führen. Um als annehmbar gelten zu können, muss die Kalibrierkurve einen Korrelationskoeffizienten (r) $\geq 0,998$ haben. Die genaue Konzentration jedes (auf das Analysezertifikat rückverfolgbaren) CS ist zu bestimmen, und diese Werte sind den Kurvenpunkten zuzuweisen, die zur Aufstellung der Endergebnisse verwendet werden. Es sollte eine Pipette mit elektronisch einstellbarem Volumen verwendet werden, die in der Lage ist, 100 µl bis 5 000 µl abzugeben.

2 Dies ist ein Beispiel für ein geeignetes, im Handel erhältliches Produkt. 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 2 — Herstellung der Kalibrierstandard(CS)-Iod- und Kalibrierblindproben(CB)-Lösungen

Kennung der Iod-Standard-lösung	Kennung der für die Herstellung verwendeten Lösung	Anfängliche Iod-konzentration ng/ml	Aliquotier-Volumen ml	End-volumen ml	End-Iod-konzentra-tion ng/ml
100 (CS)	1 000 (ISS)	1 000	5	50	100
50,0 (CS)	1 000 (ISS)	1 000	2,5	50	50,0
10,0 (CS)	1 000 (ISS)	1 000	0,5	50	10,0
1,00 (CS)	10,00 (ISS)	10,0	5	50	1,00
0,500 (CS)	10,00 (ISS)	10,0	2,5	50	0,500
0,250 (CS)	10,00 (ISS)	10,0	1,25	50	0,250
Blindprobe (CB)	n.a. ^a	n.a. ^a	n.a. ^a	50	n.a. ^a
Die angemessene Menge der Iod-Standardlösung ist in ein 50-ml-Einmalrohr (4.1) aliquotieren, 5 ml der 5 %-KOH-Lösung und 1 ml des Stabilisatorkonzentrats (3.10.3) zugeben, bis zu der auf dem Rohr angebrachten 50-ml-Markierung mit Wasser auffüllen, das Rohr mit der Verschlusskappe versehen und anschließend gründlich mischen. Auf diese Weise ergibt sich eine Matrixkonzentration von 0,5 % KOH und annähernd 0,2 % NH ₄ OH sowie annähernd 0,02 % Na ₂ S ₂ O ₃ in Wasser.					
^a n.a. = Nicht anwendbar.					

3.11.5 Iodlösungen für die fortlaufende Zwischenkalibrierungsverifizierung (en: Intermediate continuing calibration verification, ICCV) und die fortlaufende Kalibrierungsverifizierung (CCV) und Lösung für die Blindprobe zur fortlaufenden Kalibrierung (en: continuing calibration blank, CCB)

Es muss eine CCV-Lösung hergestellt werden, die aus einer anderen Quelle als der für die CS-Lösungen verwendeten stammt. Wurde z. B. für die Herstellung der CS-Lösungen eine Stammlösung von SPEX CertiPrep² verwendet, so darf diese Lösung nicht zur Herstellung der CCV-Lösung verwendet werden. An ihrer Stelle ist zur Herstellung der CCV-Lösung eine Stammlösung von Inorganic Ventures² (oder einem anderen geeigneten Hersteller) zu verwenden.

Die Standardlösungen für die fortlaufende Zwischenkalibrierungsverifizierung und die fortlaufende Kalibrierungsverifizierung und für die Blindprobe zur fortlaufenden Kalibrierung sind nach Tabelle 3 herzustellen.

ICCV-Lösungen werden zur Herstellung der CCV-Standardlösung verwendet und üblicherweise nach Tabelle 3 hergestellt. Bei den hier angegebenen ICCV- und CCV-Konzentrationen handelt es sich um Nennwerte. Anhand der im Analysezertifikat (der zweiten Quelle) angegebenen Stamm-Iodkonzentration ist die genaue Konzentration jedes ICCV zu bestimmen. Anhand dieser Information ist die genaue Konzentration des CCV-Standards zu bestimmen. Es sollte eine Pipette mit elektronisch einstellbarem Volumen verwendet werden, die in der Lage ist, 100 µl bis 5 000 µl abzugeben.

Tabelle 3 — Herstellung von Iodlösungen für die fortlaufende Zwischenkalibrierungsverifizierung (ICCV) und die fortlaufende Kalibrierungsverifizierung (CCV) sowie der Lösung für die Blindprobe zur fortlaufenden Kalibrierung (CCB)

Kennung der Iod-Standard-lösung	Kennung der für die Herstellung verwendeten Lösung	Anfängliche Iod-konzentration ng/ml	Aliquotier-Volumen ml	End-volumen ml	End-Iod-konzentration ng/ml
10 000 (ICCV)	Stamm	1 000 000	0,5	50	10 000
1 000 (ICCV)	10 000 (ICCV)	10 000	5	50	1 000
10,0 (CCV)	1 000 (ICCV)	1 000	0,5	50	10,0
Blindprobe (CCB)	n.a. ^a	n.a. ^a	n.a. ^a	50	0
<p>Die angemessene Menge der Iod-Standardlösung ist in ein 50-ml-Einmalrohr (4.1) aliquotieren, bis zu der auf dem Rohr angebrachten 50-ml-Markierung mit dem Verdünnungsmittel (3.10.5) auffüllen, das Rohr mit der Verschlusskappe versehen und anschließend gründlich mischen. Auf diese Weise ergibt sich eine Matrixkonzentration von 0,5 % KOH, annähernd 0,2 % NH₄OH und annähernd 0,02 % Na₂S₂O₃ in Wasser.</p> <p>Für die Blindprobe (CCB) ein 50-ml-Einmalrohr (4.1) bis zu der auf dem Rohr angebrachten 50-ml-Markierung mit dem Verdünnungsmittel (3.10.5) füllen, das Rohr mit der Verschlusskappe versehen und anschließend gründlich mischen.</p>					
^a n.a. = Nicht anwendbar.					

3.11.6 Interne Standard(IS)-Lösung

Die internen Standardlösungen sind nach Tabelle 4 herzustellen.

Üblicherweise wird für die Analyse eine IS-Konzentration von 30 ng/ml Pr verwendet. Tabelle 4 skizziert einen typischen Ablauf der Herstellung der internen Standardkonzentration.

Tabelle 4 — Herstellung der internen Standard(IS)-Lösung

Kennung der Standard-lösung	Kennung der für die Herstellung verwendeten Lösung	Anfangs-konzentration ng/ml	Aliquotier-Volumen ml	End-volumen ml	End-Iod-konzentration ng/ml
30,0 (Pr)	Stamm	10 000	1,5	500 ^a	30,0
<p>^a Nach dem Aliquotieren der 10 000 ng/ml-Pr-Lösung in das 500-ml-Gefäß etwa 100 ml Wasser, 10 ml HNO₃, 0,5 ml HClO₄, 0,05 g Triton[®] X-100 zugeben und dann mit Wasser auf das geforderte Volumen bringen und gründlich mischen. Auf diese Weise ergibt sich eine Konzentration von 2 % HNO₃, 0,1 % HClO₄ und 0,01 % Triton[®] X-100 in Wasser.</p>					

ANMERKUNG Da einige ICP-MS-Geräte eine höhere Empfindlichkeit haben, darf die Pr-Konzentration entsprechend angepasst werden, um ähnliche wie die vom 50,0 ng/ml-Iodstandard erzeugten Intensitäten zu erzielen.