

DIN 11699



ICS 71.100.70

Bestimmung von Barium, Nickel und anderen Elementen in kosmetischen Mitteln und Tätowiermitteln mittels optischer Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) nach Druckaufschluss

Determination of barium, nickel and other elements in cosmetics and tattoo products by atomic emission spectrometry with inductively coupled plasma (ICP-OES) after pressure digestion

Détermination du baryum, du nickel et d'autres éléments dans les préparations cosmétiques et de tatouage par spectrométrie d'émission optique avec plasma à couplage inductif (ICP-OES) après digestion par pression

Gesamtumfang 20 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	4
5 Reagenzien	4
6 Geräte und Hilfsmittel	7
7 Probenahme	8
8 Durchführung	8
8.1 Druckaufschluss	8
8.1.1 Allgemeines	8
8.1.2 Probenvorbereitung	8
8.1.3 Probeneinwaage	8
8.1.4 Zugabe der Säuren	9
8.1.5 Aufschlusstemperatur und Aufschlusszeit	9
8.1.6 Herstellung der Messlösung	10
8.1.7 Qualitätskontrolle der Analyse	10
8.2 Optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma	10
8.2.1 ICP-OES Arbeitsbedingungen	10
8.2.2 Bestimmung mit der ICP-OES	10
8.3 Qualitätskontrolle der Analyse	11
9 Auswertung	11
9.1 Berechnung	11
9.2 Zuverlässigkeit des Verfahrens	12
10 Prüfbericht	15
Anhang A (normativ) Prüfung weiterer Elemente Antimon, Blei und Cadmium	16
Literaturhinweise	20

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 057-07-01 AA „Kosmetische Mittel“ im DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) erarbeitet.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Diese Norm beinhaltet das Arbeiten mit Gefahrstoffen und Druckapparaturen bei Temperaturen bis 200 °C. Es können jedoch nicht alle Sicherheitsprobleme, die bei der Anwendung dieses Verfahrens auftreten, aufgeführt werden. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Norm, angemessene Sicherheits- und Gesundheitsvorkehrungen zu treffen.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung von Antimon, Barium, Blei, Cadmium und Nickel in kosmetischen Mitteln und Tätowiermitteln mit der optischen Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) nach Druckaufschluss fest.

Dieses Verfahren wurde in einem Ringversuch nach DIN ISO 5725-2 [1] unter Verwendung von Lippenstift, Tattoofarbe, Bodylotion, Zahnpasta, Lidschatten und Water-make-up mit Barium im Bereich von 8,51 mg/kg bis 65,15 mg/kg und Nickel im Bereich von 4,51 mg/kg bis 27,33 mg/kg validiert. Antimon wurde in Bodylotion mit 13,32 mg/kg, Blei in Bodylotion mit 17,10 mg/kg und Cadmium in Lippenstift mit 0,885 mg/kg sowie in Bodylotion mit 4,15 mg/kg überprüft.

2 Normative Verweisungen

Es gibt keine normativen Verweisungen in diesem Dokument.

3 Begriffe

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

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

- DIN-TERMinologieportal: verfügbar unter <https://www.din.de/go/din-term>
- DKE-IEV: verfügbar unter <http://www.dke.de/DKE-IEV>

4 Kurzbeschreibung

Die homogenisierte Probe wird im geschlossenen Gefäß unter erhöhter Temperatur und Druck mit Mineralsäuren aufgeschlossen. Der Druckaufschluss wird mit mikrowellenunterstützter Beheizung bei einer Temperatur von 200 °C durchgeführt. Abhängig von ihrer Art und Zusammensetzung können nicht alle kosmetischen Mittel rückstandsfrei gelöst werden. Um vergleichbare Ergebnisse zu erhalten, ist es notwendig, die in diesem Verfahren angegebenen Bedingungen exakt einzuhalten.

Nach Aufschluss des Probenmaterials werden die Elemente Barium und Nickel mit der ICP-OES quantitativ bestimmt. Das Verfahren ist auch zur Bestimmung anderer Elemente wie z. B. Antimon, Blei und Cadmium geeignet (siehe Anhang A, Tabelle A.2, Tabelle A.3 und Tabelle A.4).

Die Aufschlusslösung wird zerstäubt und das Aerosol in ein induktiv gekoppeltes Argonplasma geleitet, wo die Elemente zur Strahlung angeregt werden. Die Emissionsstrahlung wird spektral zerlegt und ihre Intensität an elementspezifischen Wellenlängen mit einem Detektorsystem bestimmt.

5 Reagenzien

Die verwendeten Reagenzien und das Wasser müssen frei von den zu bestimmenden Elementen sein. Soweit nicht anders angegeben, ist unter „Lösung“ eine wässrige Lösung zu verstehen.

5.1 Salpetersäure, mindestens Massenanteil $w = 65 \%$, Dichte $\rho = 1,4 \text{ g/ml}$.

5.2 Verdünnte Salpetersäure, hergestellt durch Mischen von Salpetersäure (5.1) und Wasser im Verhältnis von mindestens 1 + 9 Volumenteilen.

5.3 Salzsäure, mindestens $w = 30 \%$, Dichte $\rho = 1,15 \text{ g/ml}$.

5.4 Stammlösungen interner Standard (z. B. Lutetium, Yttrium), $\rho = 1\,000\text{ mg/l}$.

5.5 Barium- und Nickel-Einzelementstammlösungen, $\rho = 1\,000\text{ mg/l}$.

Die Einzelementstammlösungen dürfen keine der hier zu bestimmenden Elemente als Begleitsubstanzen bzw. Verunreinigungen enthalten, die die Richtigkeit der Ergebnisse beeinflussen können.

Alternativ können auch kommerzielle Mischstammlösungen verwendet werden. Die Verwendung eines internen Standards wird empfohlen. Als geeignet haben sich Lutetium und Yttrium erwiesen.

5.6 Standardlösungen.

5.6.1 Standardlösung, ($\rho = 50\text{ mg/l}$), je Element.

Barium- und Nickel-Standardlösung, hergestellt aus den Einzelementstammlösungen (5.5).

Zur Herstellung wird ein 100-ml-Messkolben mit etwa 20 ml Wasser befüllt, 5 ml Salpetersäure (5.1) und 1 ml Salzsäure (5.3) zugegeben und gemischt. Nach Abkühlen auf Raumtemperatur werden je 5 ml der Einzelementstammlösungen (5.5) nacheinander zupipettiert und mit Wasser aufgefüllt. Diese Standardlösung ist mindestens für eine Dauer von sechs Monaten stabil.

5.6.2 Standardlösung (interner Standard, z. B. Y), $\rho = 50\text{ mg/l}$.

Zur Herstellung wird ein 100-ml-Messkolben mit etwa 20 ml Wasser befüllt, 5 ml Salpetersäure (5.1) zugegeben und gemischt. Nach Abkühlen auf Raumtemperatur werden 5 ml der Yttrium-Stammlösung (5.4) zupipettiert und mit Wasser aufgefüllt. Diese Standardlösung ist mindestens für eine Dauer von sechs Monaten stabil.

5.7 Multielement-Bezugslösungen

Die im Folgenden angegebenen Konzentrationen der Bezugslösungen (Tabelle 1 und Tabelle 2) sind beispielhaft und müssen entsprechend der Geräteempfindlichkeit, der Betrachtungsweise (axial bzw. radial) und dem zu untersuchenden Konzentrationsbereich geändert werden. Die Kalibrierung muss, so weit möglich, im linearen Bereich durchgeführt werden. Zur Kalibrierung sollten mindestens 3 Bezugslösungen, im nichtlinearen Bereich mindestens 5 Bezugslösungen, unterschiedlicher Konzentrationen hergestellt werden. Die Konzentration der Reagenzien (Säuren, ggf. interner Standard) muss der in der Messlösung entsprechen.

Beispiele zur Herstellung der Bezugslösungen aus den Stamm- bzw. Standardlösungen sind nachfolgend aufgeführt.

BEISPIEL 1 Zur Herstellung einer Bezugslösung aus einer Stammlösung (5.4 und 5.5) wird ein 100-ml-Messkolben mit 10 ml bis 20 ml Wasser befüllt und 2 ml Salpetersäure (5.1) sowie 0,4 ml Salzsäure (5.3) zugegeben und gemischt. Nach Abkühlen auf Raumtemperatur werden nacheinander die Einzelementstammlösungen (5.5) und der interne Standard (5.4) nach dem Schema in Tabelle 1 zupipettiert, mit Wasser aufgefüllt und gemischt.

Tabelle 1 — Herstellung einer Bezugslösung aus den Elementstammlösungen (5.4 und 5.5)

Bezugslösung	Menge an internem Standard (5.4) µl	Menge an Elementstammlösung (5.5) µl	Elementkonzentration in der Bezugslösung in mg/l
1	100	20	0,20
2	100	50	0,50
3	100	100	1,00
4	100	200	2,00

ANMERKUNG 1 Die Säurekonzentration der Bezugslösungen im Beispiel 1 ist für einen Aufschluss mit 5 ml Salpetersäure (5.1), 1 ml Salzsäure (5.3), 50 ml Auffüllvolumen und Verdünnungsfaktor 5 angepasst.

BEISPIEL 2 Zur Herstellung einer Bezugslösung aus einer Standardlösung (5.6) wird ein 20-ml-Messkolben mit etwa 5 ml Wasser befüllt, 1 ml Salpetersäure (5.1) sowie 0,2 ml Salzsäure (5.3) zugegeben und gemischt. Nach Abkühlen auf Raumtemperatur werden die Elementstandardlösung (5.6.1) und die Standardlösung interner Standard (5.6.2) nach dem Schema in Tabelle 2 zupipettiert, mit Wasser aufgefüllt und gemischt.

Tabelle 2 — Herstellung einer Bezugslösung aus einer Standardlösung (5.6)

Bezugslösung	Menge an internem Standard (5.6.2) µl	Menge an Elementstandardlösung (5.6.1) µl	Elementkonzentration in der Bezugslösung in mg/l
1	400	20	0,05
2	400	40	0,10
3	400	100	0,25
4	400	200	0,50
5	400	400	1,00

ANMERKUNG 2 Die Säurekonzentration der Bezugslösungen im Beispiel 2 ist für einen Aufschluss mit 5 ml Salpetersäure (5.1), 1 ml Salzsäure (5.3), 50 ml Auffüllvolumen und Verdünnungsfaktor 2 angepasst.

Die internen Standardlösungen können bei der Messung alternativ über ein Y-Stück in angepasster Konzentration in den Probenstrom gepumpt werden.

Die Bezugslösungen werden arbeitstäglich frisch angesetzt.

5.8 Nullwertlösung

Die Nullwertlösung enthält Wasser, Salpetersäure (5.1), Salzsäure (5.3) und gegebenenfalls interne Standardlösung (5.4 bzw. 5.6.2) in derselben Konzentration wie in den Bezugslösungen: z. B. Wasser, 2 ml Salpetersäure (5.1) und 0,4 ml Salzsäure (5.3) in 100 ml (Beispiel 1) oder Wasser, 5 ml Salpetersäure (5.1) und 1 ml Salzsäure (5.3) in 100 ml (Beispiel 2).