

DIN EN ISO 21392



ICS 71.100.70

**Kosmetische Mittel –
Untersuchungsverfahren –
Messung von Schwermetallspuren in kosmetischen Endprodukten mittels
ICP-MS (ISO 21392:2021, korrigierte Fassung 2021-12);
Deutsche Fassung EN ISO 21392:2021**

Cosmetics –
Analytical methods –
Measurement of traces of heavy metals in cosmetic finished products using ICP/MS technique
(ISO 21392:2021, Corrected version 2021-12);
German version EN ISO 21392:2021

Cosmétiques –
Méthodes d'analyse –
Mesurage des éléments traces métalliques par ICP-MS dans les produits cosmétiques finis
(ISO 21392:2021, Version corrigée 2021-12);
Version allemande EN ISO 21392:2021

Gesamtumfang 41 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 21392:2021) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 217 „Cosmetics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 392 „Kosmetische Mittel“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-07-01 AA „Kosmetische Mittel“ im DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL).

Dieses Dokument enthält in 8.2.5, in 8.3.1 und in 8.4.2.2 drei Nationale Fußnoten mit ergänzenden Erklärungen.

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

ISO 3696	siehe	DIN ISO 3696
ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2
ISO 5725-3	siehe	DIN ISO 5725-3
ISO 7870 (all parts)	siehe	DIN ISO 7870 (alle Teile)
ISO 17294-1	siehe	DIN EN ISO 17294-1
ISO 17294-2	siehe	DIN EN ISO 17294-2
ISO/IEC 17025	siehe	DIN EN ISO/IEC 17025

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 17294-1, *Wasserbeschaffenheit — Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) — Teil 1: Allgemeine Anleitung*

DIN EN ISO 17294-2, *Wasserbeschaffenheit — Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) — Teil 2: Bestimmung von ausgewählten Elementen einschließlich Uran-Isotope*

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

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 die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

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

DIN ISO 7870 (alle Teile), *Regelkarten*

Deutsche Fassung

Kosmetische Mittel —
Untersuchungsverfahren —
Messung von Schwermetallspuren in
kosmetischen Endprodukten mittels ICP-MS
(ISO 21392:2021, korrigierte Fassung 2021-12)

Cosmetics —
Analytical methods —
Measurement of traces of heavy metals in cosmetic
finished products using ICP/MS technique
(ISO 21392:2021, Corrected version 2021-12)

Cosmétiques —
Méthodes d'analyse —
Mesurage des éléments traces métalliques
par ICP-MS dans les produits cosmétiques finis
(ISO 21392:2021, Version corrigée 2021-12)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 2. August 2021 angenommen.

Diese Europäische Norm wurde korrigiert und vom CEN-CENELEC-Management-Zentrum am 22. Dezember 2021 neu herausgegeben.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim CEN-CENELEC-Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Kurzbeschreibung	7
5 Reagenzien	8
6 Geräte und Hilfsmittel	8
6.1 Aufschlussgefäße	9
6.1.1 Allgemeiner Fall	9
6.1.2 Besondere Sorgfalt bei der Quantifizierung von Antimon	9
6.2 Geräte für den mikrowellengestützten Aufschluss	9
6.3 Membranfilter mit einer Porengröße von 0,45 µm.	9
6.4 ICP-MS	9
7 Herstellung von Standardlösungen	10
7.1 Allgemeines	10
7.2 Verdünnte Salpetersäure	10
7.3 Verdünnungslösung	10
7.4 Interne Standardlösung	10
7.4.1 Allgemeines	10
7.4.2 Rhodium-Standardlösung, 1 mg/l	11
7.4.3 Lutetium-Standardlösung, 1 mg/l	11
7.5 Standardlösungen	11
7.5.1 Allgemeines	11
7.5.2 Gemischte Standardlösung mit hoher Konzentration, 10 mg/l	11
7.5.3 Gemischte Standardlösung mit niedriger Konzentration, 0,1 mg/l	11
7.6 Nullwertlösung	11
7.7 Bezugslösungen	11
8 Durchführung	12
8.1 Probenvorbereitung	13
8.2 Druckunterstützter Aufschluss	13
8.2.1 Allgemeines	13
8.2.2 Vorbereitung der Probe durch Aufschluss — allgemeiner Fall	13
8.2.3 Vorbereitung der Probe durch Aufschluss — besondere Fälle	13
8.2.4 Mikrowellen-Aufschluss-Verfahren	14
8.2.5 Vorbereitung von Messlösungen	15
8.3 Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma	15
8.3.1 Arbeitsbedingungen für die ICP-MS	15
8.3.2 Quantifizierung der Analyten durch ICP-MS	16
8.4 Qualitätskontrolle der Analyse	17
8.4.1 Allgemeines	17
8.4.2 Während des Aufschlusses	17

8.4.3	Während der Analyse.....	19
8.4.4	Beispiel für den Ablauf der ICP-MS	19
9	Berechnung.....	20
10	Leistungsfähigkeit des Verfahrens	21
11	Prüfbericht.....	21
Anhang A (informativ) Durch das „Accuracy-Profile“-Verfahren bestimmte Leistungsfähigkeit des Verfahrens.....		23
Anhang B (informativ) Bewertung des Verfahrens über den statistischen Ansatz nach ISO 5725.....		31
Literaturhinweise.....		39

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 21392:2021) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 217 „Cosmetics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 392 „Kosmetische Mittel“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis März 2022, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis März 2022 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können, ohne dass diese vorstehend identifiziert wurden. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument wurde im Rahmen eines Normungsauftrages erarbeitet, den die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelsassoziation CEN erteilt haben, und unterstützt grundlegende Anforderungen der EU-Richtlinien.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 21392:2021, korrigierte Fassung 2021-12, wurde von CEN als EN ISO 21392:2021 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (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 Normungsthemen 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, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 217, *Cosmetics*, in Zusammenarbeit mit dem Europäischen Komitee für Normung (CEN), Technisches Komitee CEN/TC 392, *Kosmetische Mittel*, in Übereinstimmung mit der Vereinbarung zur technischen Zusammenarbeit zwischen ISO und CEN (Wiener Vereinbarung) erarbeitet.

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.

Diese korrigierte Fassung von ISO 21392:2021 enthält die folgenden Korrekturen:

- die Definition von Gleichung 1 wurde korrigiert.

Einleitung

Dieses Dokument legt ein analytisches Verfahren zur Bestimmung von Schwermetallspuren (z. B. Chrom, Cobalt, Nickel, Arsen, Cadmium, Antimon und Blei) in kosmetischen Endprodukten mittels Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) nach Druckaufschluss der Probe fest. Diese Art des analytischen Verfahrens ist in anderen Bereichen, z. B. Umwelt [9][10][11], Lebensmittel [9][10][11] sowie der pharmazeutischen Industrie [12][13][14][15] weit verbreitet. Da das Verfahren den Gehalt an nachweisbaren Spuren in kosmetischen Mitteln maximiert, stellt es kein Verfahren zur direkten Bewertung der systemischen Exposition der Verbraucher bereit.

1 Anwendungsbereich

In diesem Dokument wird ein Verfahren zur Quantifizierung von Spurenanteilen von Schwermetallen in kosmetischen Mitteln bereitgestellt.

Dieses Dokument bezieht sich nur auf Chrom, Cobalt, Nickel, Arsen, Cadmium, Antimon und Blei. Das Verfahren kann auf andere Elemente angewendet werden, es liegt jedoch in der Verantwortung des Analytikers nachzuweisen, dass es für diesen Zweck geeignet ist.

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 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

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/>

3.1

Validierungsbereich

Bereich von der oberen bis zur unteren Konzentration der für die Bewertung des Verfahrens verwendeten Proben

3.2

validierter Bereich

Bereich von Konzentrationen zwischen dem oberen und unteren Wert, bei dem nachgewiesen wurde, dass die Leistungsfähigkeit des Verfahrens den Anforderungen des Verfahrens entspricht

4 Kurzbeschreibung

Die Schwermetallspuren in kosmetischen Mitteln werden durch ICP-MS-Messung der Lösungen nach dem Aufschluss der kosmetischen Mittel quantitativ bestimmt. Der Aufschluss findet mit Mineralsäuren in geschlossenen Gefäßen statt, die mikrowellenunterstützt auf 200 °C erwärmt werden, wodurch hohe Drücke entstehen.

Bei dem Verfahren zur Probenaufarbeitung werden die kosmetischen Inhaltsstoffe mithilfe eines Salpetersäure-/Salzsäure Gemisches aufgeschlossen, wodurch die Schwermetallspuren in Lösung gehen und zur Messung zur Verfügung stehen. Es ist möglich, dass einige kosmetische anorganische Inhaltsstoffe wie Siliciumdioxid oder Titandioxid unter den Bedingungen dieses Dokuments nicht vollständig aufgeschlossen und dass Schwermetalle, die in solchen Inhaltsstoffen eingeschlossen sind, nicht vollständig extrahiert werden. Es wird jedoch davon ausgegangen, dass der Anteil der in diesen anorganischen Materialien gebundenen Schwermetallen unwesentlich zum Expositionsniveau von Verbrauchern gegenüber diesen Schwermetallen beiträgt. Durch die Anwendung der ICP-MS wird aufgrund ihrer nachweislich hohen

Empfindlichkeit und Selektivität eine zuverlässige Messung von Spurenanteilen von Schwermetallen sichergestellt.

Um vergleichbare Ergebnisse zu erzielen, ist es zwingend erforderlich, dass alle mit dem Aufschluss der Proben verbundenen Bedingungen eingehalten werden.

5 Reagenzien

Es muss darauf geachtet werden sicherzustellen, dass der Untergrundwert von den zu bestimmenden Analyten bei den Reagenzien und im verwendeten Wasser vernachlässigbar ist und die Analyse nicht beeinträchtigt wird. Sofern nicht anders festgelegt, werden unter „Lösungen“ wässrige Lösungen verstanden.

5.1 Wasser, entspricht Qualität 1 von ISO 3696 (elektrische Leitfähigkeit geringer als $0,1 \mu\text{Scm}^{-1}$ bei 25°C [16]).

5.2 Salpetersäure, Massenanteil w = mindestens 60 %, Dichte = 1,38 g/ml, geeignet für die ICP-MS-Analyse.

5.3 Salzsäure, w = mindestens 30 %, Dichte = 1,15 g/ml, geeignet für die ICP-MS-Analyse.

5.4 Stammlösungen des internen Standards

Bezüglich der Lager- und Stabilitätsbedingungen der Stammlösungen des internen Standards werden die Anforderungen der Hersteller befolgt. Die Lösung des internen Standards sollte einen zertifizierten oder einen auf zertifiziertes Referenzmaterial rückführbaren Gehalt (CRM, en: certified reference material) enthalten.

5.4.1 Rhodium-Stammlösung, 1 000 mg/l.

5.4.2 Lutetium-Stammlösung, 1 000 mg/l.

5.5 Analytstammlösungen [Chrom (Cr), Cobalt (Co), Nickel (Ni), Arsen (As), Cadmium (Cd), Antimon (Sb) und Blei (Pb)], 1 000 mg/l für jedes Element.

Handelsübliche Einzelelement- oder Mischstammlösungen mit einem bekannten zertifizierten oder einem auf zertifiziertes Referenzmaterial rückführbaren Gehalt können verwendet werden. Die verwendeten Stammlösungen dürfen keine anderen Elemente enthalten, bei denen Störungen mit den zu quantifizierenden Analyten auftreten könnten.

5.6 ICP-MS-Justierlösung, die beispielsweise Ce, Co, Li, Mg, Tl und Y ($1 \mu\text{g/l}$) entsprechend den Empfehlungen des Geräteherstellers enthält.

6 Geräte und Hilfsmittel

Alle Geräte und Hilfsmittel, die direkt mit der Probe oder den Lösungen in Berührung kommen, müssen mit verdünnter Salpetersäure (siehe 7.2) vorgereinigt und mit Reinstwasser (5.1) gespült werden, um den niedrigsten Untergrundwert für den Analyten sicherzustellen. Um Verunreinigung und Adsorption zu vermeiden, werden keine Labormaterialien aus Borosilicatglas verwendet.

6.1 Aufschlussgefäße

6.1.1 Allgemeiner Fall

Es werden handelsübliche, sicherheitsgeprüfte Druckgefäße und Einsätze aus säurebeständigen, kontaminationsarmen Werkstoffen verwendet. Die geschlossenen Gefäße müssen Temperaturen von mindestens 200 °C und Drücken von mindestens 40 bar sicher standhalten können.

Es wird empfohlen, die Aufschlussgefäße nur für die Analyse von kosmetischen Mitteln zu benutzen, um eine Kreuzkontamination zu minimieren. Darüber hinaus müssen die Aufschlussgefäße nach jeder Anwendung gründlich gereinigt werden. Nach dem Aufschluss von Proben, die einen hohen Anteil an zu bestimmenden Elementen aufweisen, wird empfohlen, vor dem Aufschluss nachfolgender Proben einen Blindaufschluss unter den in diesem Dokument angegebenen Bedingungen durchzuführen, um die Gefäße zu reinigen.

6.1.2 Besondere Sorgfalt bei der Quantifizierung von Antimon

Es ist bekannt, dass Antimon dazu neigt, an der Innenfläche von den Gefäßwänden zu adsorbieren, und erfahrungsgemäß tritt Adsorption häufiger auf, wenn Gefäße mit langer Anwendungsdauer eingesetzt werden.

Es werden nur Aufschlussgefäße mit minimaler Oberflächenrauigkeit verwendet, um die Adsorption von Antimon an der Gefäßoberfläche [7], [16] zu verhindern. Vor ihrer Verwendung müssen die Gefäße gründlich auf Kratzer, Beschädigungen oder Ablagerungen überprüft werden. Bei Zweifeln an der Unversehrtheit der Innenflächen der Gefäße, wird in Betracht gezogen diese durch fabrikneue Aufschlussgefäße zu ersetzen.

Es ist bekannt, dass dieses Problem häufiger auftritt, wenn Aufschlussgefäße aus Polytetrafluorethylen verwendet werden, da diese leicht beschädigt werden können. Quarzgefäße werden empfohlen, da sie üblicherweise widerstandsfähiger gegenüber Verschleiß sind. Beschädigungen sind auch aufgrund ihrer Durchsichtigkeit leichter sichtbar. Jedoch sind Gefäße aus Polytetrafluorethylen, die ohne jegliche Kratzer oder Beschädigungen an der Innenfläche oder ohne Ablagerungen sind, geeignet.

Bei Zweifeln hinsichtlich einer möglichen Adsorption von Antimon an den Gefäßwänden (z. B. wenn wesentliche Abweichungen vom Sollwert beobachtet werden) ist eine Kontrollprüfung in 8.4.2 beschrieben.

6.2 Geräte für den mikrowellengestützten Aufschluss

Mikrowellenbeheizte Systeme müssen mit einer Temperaturmesseinheit ausgestattet sein, die gleichzeitig die Leistungssteuerung der Mikrowelle regelt. Der Temperatursensor wird vor dem Gebrauch oder mindestens einmal jährlich kalibriert.

6.3 Membranfilter mit einer Porengröße von 0,45 µm.

Der verwendete Membranfilter muss für die Analyse anorganischer Spuren geeignet sein. Es muss gegenüber der Säurekonzentration der Messlösung inert sein und es dürfen keine Verunreinigungen in die Messlösung abgeben oder Analyten adsorbiert werden. Im Handel sind verschiedene Arten von Membranmaterial [Polytetrafluorethylen (PTFE), Polypropylen (PP) usw.] erhältlich und deren Eignung muss durch entsprechende Messungen [Blindproben, Qualitätskontrollproben (QC) usw.] verifiziert werden.

6.4 ICP-MS

Das Massenspektrometer mit induktiv gekoppeltem Argonplasma enthält ein Probenzuführungs- und ein Zerstäubungssystem sowie eine Gerätesteuereinheit und eine Auswerteeinheit. Um Störungen auf den Massen der Schwermetalle Chrom, Nickel, Cobalt, Arsen und Cadmium zu vermeiden, wird ein Massenspektrometer

verwendet, das derartige Störungen beseitigen oder minimieren kann (z. B. Kollisions- und/oder Reaktionszelle, Auflösung über 3 000, alternativ bei höheren Konzentrationen Korrekturgleichungen).

7 Herstellung von Standardlösungen

7.1 Allgemeines

Für alle Lösungen bezieht sich der Terminologie-„Teil“ in der Norm entweder auf Volumen oder die Masse. Das bedeutet, dass Standards und Proben nach Volumen oder Masse verdünnt werden können. Dies sollte jedoch einheitlich sein sowohl für Standards als auch für Proben.

7.2 Verdünnte Salpetersäure

Hergestellt durch Mischen von Salpetersäure (5.2) und Reinstwasser (5.1) in einem Verhältnis von etwa 1 + 9 Teilen.

7.3 Verdünnungslösung

Die Verdünnungslösung muss die gleiche Säurezusammensetzung (Gesamtgehalt und Säureverhältnis) wie die Messlösung (die verdünnte Aufschlusslösung) aufweisen. Diese Lösung sollte enthalten:

- 2,5 Teile Salpetersäure (5.2);
- 0,5 Teile Salzsäure (5.3);
- 97 Teile Wasser (5.1).

7.4 Interne Standardlösung

7.4.1 Allgemeines

Die ausgewählten internen Standards (en: internal standards, IS) sollten den gesamten Massenbereich der zu bestimmenden Analyten abdecken und die Ionisierungsenergie mit den Schwermetallen vergleichbar sein, für die sie zu Korrekturzwecken verwendet werden. Es muss auch überprüft werden, ob die verwendeten internen Standards in vernachlässigbarer Konzentration in der zu untersuchenden Probe ursprünglich vorhanden sind und keine Störungen mit Probenbestandteilen auftreten.

Rhodium und Lutetium haben sich als interne Standards bewährt. Die Proben sollten auf vernachlässigbare ursprüngliche Konzentrationen überprüft werden und darauf, dass keine Störungen mit Probenbestandteilen vorliegen.

Rhodium eignet sich zur Bestimmung von Chrom, Cobalt, Nickel, Arsen, Cadmium und Antimon, während Lutetium zur Bestimmung von Blei geeignet ist. Alternativ dürfen andere Elemente (z.B. Indium oder Iridium) verwendet werden. Scandium ist jedoch aufgrund von Störungen durch Calcium nicht als IS geeignet. Ein IS mit einer Masse (m/z) unter 100 wird nicht empfohlen, da es zu Störungen mit Matrixkomponenten kommen kann.

Die internen Standardlösungen können in jede Proben- und Bezugslösung in derselben Konzentration zugegeben werden oder sie können bei der Messung (online) über ein Y-Stück in den Probenstrom gepumpt werden.

Die Konzentration der internen Standardlösung muss im Bereich von 1 mg/l bis 2 mg/l liegen. In 7.4.2 und 7.4.3 wurde für alle Berechnungen eine Konzentration von 1 mg/l angewendet.

7.4.2 Rhodium-Standardlösung, 1 mg/l

Die Rhodium Stammlösung (5.4.1) wird 1 + 999 mit Verdünnungslösung (siehe 7.3) verdünnt. Diese interne Standardlösung ist 6 Monate bei Raumtemperatur stabil.

Indium oder Iridium dürfen auch als interne Standards verwendet werden.

7.4.3 Lutetium-Standardlösung, 1 mg/l

Die Lutetium Stammlösung (5.4.2) wird 1 + 999 mit Verdünnungslösung (siehe 7.3) verdünnt. Diese interne Standardlösung ist 6 Monate bei Raumtemperatur stabil.

Indium oder Iridium dürfen auch als interne Standards verwendet werden.

7.5 Standardlösungen

7.5.1 Allgemeines

Die Konzentrationen dieser Standardlösungen sind Beispiele und sollten an die spezifischen Bedingungen in den Laboren angepasst werden.

7.5.2 Gemischte Standardlösung mit hoher Konzentration, 10 mg/l

Die Analytstammlösung(en) (5.5) wird (werden) 100-fach verdünnt durch Zufügen von:

- bei Einzelanalyt-Stammlösungen: 1 Teil jeder dieser 7 Lösungen zu 93 Teilen der Verdünnungslösung (siehe 7.3);
- bei einer gemischten Stammlösung: 1 Teil dieser Lösung zu 99 Teilen der Verdünnungslösung (siehe 7.3).

Diese hochkonzentrierte interne Standardlösung ist 6 Monate bei Raumtemperatur stabil.

7.5.3 Gemischte Standardlösung mit niedriger Konzentration, 0,1 mg/l

Die hochkonzentrierte Standardlösung (siehe 7.5.2) wird 100-fach verdünnt, indem 1 Teil dieser Lösung 99 Teilen der Verdünnungslösung (siehe 7.3) zugefügt wird. Diese interne Standardlösung mit niedriger Konzentration ist 3 Monate bei Raumtemperatur stabil.

7.6 Nullwertlösung

Die Nullwertlösung entspricht der Matrixlösung ohne den interessierenden Analyten. Im Allgemeinen entspricht sie der Verdünnungslösung mit der geeigneten Konzentration der entsprechenden internen Standards, wenn sie während der Messung nicht über ein Y-Stück zugefügt wird.

7.7 Bezugslösungen

Gemischte Bezugslösungen werden hergestellt, indem die gemischte Standardlösung mit niedriger Konzentration (siehe 7.5.3) mit der Verdünnungslösung (siehe 7.3) auf Werte im linearen Bereich des Gerätes und innerhalb des angestrebten Konzentrationsbereichs verdünnt wird. Eine geeignete Konzentration der entsprechenden internen Standards wird zugefügt oder die internen Standards werden online zugefügt, indem sie durch ein Y Stück in den Probenstrom gepumpt werden. Mindestens 3 Bezugslösungen mit verschiedenen Konzentrationen sollten hergestellt werden. Diese Bezugslösungen müssen täglich hergestellt werden.