

DIN 13094-3

ICS 39.060; 77.040.30

Einsprüche bis 2018-10-03

Entwurf

Blei und Cadmium in metallischen Bedarfsgegenständen mit Körperkontakt –

Teil 3: Bestimmung mit optischer Emissionsspektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) nach Säureaufschluss

Lead and cadmium in metallic items in contact with the body –

Part 3: Measurement by optical emission spectrometry in inductive coupled plasma (ICP OES) after acidic extraction

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2018-08-03 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 nafuo@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 Feinmechanik und Optik (NAFuO), Alexander-Wellendorff-Str. 2, 75172 Pforzheim.

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 15 Seiten

DIN-Normenausschuss Feinmechanik und Optik (NAFuO)

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich.....	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Kurzbeschreibung	5
4 Chemikalien.....	5
5 Geräte und Hilfsmittel	6
6 Probenahme	7
7 Durchführung.....	7
7.1 Aufschluss.....	7
7.2 Optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES).....	7
7.2.1 ICP-OES Arbeitsbedingungen	7
7.2.2 Bestimmung mit der ICP-OES.....	7
7.3 Qualitätskontrolle der Analyse	8
8 Auswertung.....	8
8.1 Berechnung.....	8
9 Untersuchungsbericht	9
Anhang A (informativ) Statistische Auswertung.....	10
A.1 Zuverlässigkeit der Methode.....	10
Anhang B (informativ) Störmetalle durch Fremdmetalle	13
Literaturhinweise.....	15

Vorwort

Dieses Dokument wurde durch den NA 027-04-07 AA „Analyseverfahren für Allergene und gesundheitlich bedenkliche Metalle“ im DIN-Normenausschuss Feinmechanik und Optik (NAFuO) erarbeitet.

Einleitung

Dieses Verfahren wurde ursprünglich von der Unterarbeitsgruppe „Elemente in Schmuck“ des Bundesamtes für Verbraucherschutz und Lebensmittelsicherheit zur Durchführung des § 64 LFGB erarbeitet und im Ringversuch mit insgesamt 11 Teilnehmern geprüft.

Nach Fertigstellung des Verfahrens wurden diese an den DIN-Arbeitsausschuss NA 027-04-07 AA mit der Freigabe zur Übernahme als DIN-Norm übermittelt.

Die Normreihe 13094 hat 3 Teile. In Teil 1 wird das Aufschlussverfahren erläutert. Die Teile 2 und 3 behandeln die alternativen Verfahren zur Messung des Blei- oder Cadmiumgehalts mit Flammenatomabsorptionsspektrometrie (DIN 13094-2) oder optischer Emmissionsspektroskopie im induktiv gekoppelten Plasma (DIN 13094-3).

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung von Blei und Cadmium in metallischen Bedarfsgegenständen mit Körperkontakt mit der optischen Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) nach Säureaufschluss nach DIN 13094-1.

Für Blei können je nach Probeneinwaage Massenanteile (ω) mindestens ab 0,01 % (100 mg/kg), für Cadmium Massenanteile (ω) mindestens ab 0,002 % (20 mg/kg) erfasst werden.

Unter dem Gehalt an den oben genannten Elementen wird der nach dem hier beschriebenen Verfahren ermittelte Gehalt verstanden. Er wird in Massenanteil (mg/kg) angegeben.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. 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).

DIN 13094-1, *Blei und Cadmium in metallischen Gegenständen mit Körperkontakt — Ausschlussverfahren*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke; Anforderungen und Prüfungen*

3 Kurzbeschreibung

Nach Aufschluss der Probe nach DIN 13094-1 werden die Elemente Blei und Cadmium mit der ICP-OES quantitativ bestimmt. 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.

4 Chemikalien

Soweit nicht anders angegeben, sind analysenreine Säuren und Chemikalien zu verwenden und das verwendete Wasser muss entmineralisiert oder von entsprechender Reinheit (Qualität 2 nach DIN ISO 3696) sein.

4.1 Salpetersäure, mind. $\omega = 65$ % Massenkonzentration, Dichte = 1,4 g/ml.

4.2 Blei-Stammlösung, mit einer Bleikonzentration von $q = 1\,000$ mg/l Massenkonzentration.

4.3 Cadmium-Stammlösung, mit einer Cadmiumkonzentration von $q = 1\,000$ mg/l.

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

ANMERKUNG Alternativ können auch kommerzielle Mischstammlösungen verwendet werden.

4.4 Misch-Standardlösung, z. B. $q = 50$ mg/l Blei und $q = 10$ mg/l Cadmium.

Misch-Standardlösung hergestellt durch Mischen und Verdünnen der Stammlösungen (4.2 und 4.3) mit einer Konzentration von 50 mg/l an Blei und 10 mg/l an Cadmium.