

## DIN EN ISO 23821



ICS 71.100.70

Einsprüche bis 2021-03-22

**Entwurf**

**Kosmetische Mittel –  
Untersuchungsverfahren –  
Bestimmung von Quecksilberspuren in kosmetischen Mitteln durch  
Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) Kaltdampftechnologie nach  
Druckaufschluss (ISO/DIS 23821:2021);  
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 23821:2021**

Cosmetics –

Analytical methods –

Determination of traces of mercury in cosmetics by atomic absorption spectrometry (AAS)  
cold vapour technology after pressure digestion (ISO/DIS 23821:2021);  
German and English version prEN ISO 23821:2021

**Anwendungswarnvermerk**

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2021-01-22 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](http://www.din.de/go/entwuerfe) bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter [www.entwuerfe.normenbibliothek.de](http://www.entwuerfe.normenbibliothek.de), sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an [nal@din.de](mailto:nal@din.de) möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter [www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe](http://www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe) oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter [www.dke.de/stellungnahme](http://www.dke.de/stellungnahme) abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL), 10772 Berlin oder 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 38 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

## Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 23821:2021) 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).

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 Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

|            |       |                  |
|------------|-------|------------------|
| ISO 3696   | siehe | DIN ISO 3696     |
| ISO 12846  | siehe | DIN EN ISO 12846 |
| ISO 5725-2 | siehe | DIN ISO 5725-2   |
| ISO 5725-3 | siehe | DIN ISO 5725-3   |

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

## Nationaler Anhang NA (informativ)

### Literaturhinweise

DIN EN ISO 12846, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von Quecksilber — Verfahren mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) mit und ohne Anreicherung*

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*

*Titel de:* Kosmetische Mittel — Untersuchungsverfahren — Bestimmung von Quecksilberspuren in kosmetischen Mitteln durch Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) Kaltdampftechnologie nach Druckaufschluss (ISO/DIS 23821:2021)

*Titel en:* Cosmetics — Analytical methods — Determination of traces of mercury in cosmetics by atomic absorption spectrometry (AAS) cold vapour technology after pressure digestion (ISO/DIS 23821:2021)

*Titel fr:*

## Inhalt

|                                                                                                                      | Seite |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|
| Europäisches Vorwort .....                                                                                           | 3     |
| Vorwort .....                                                                                                        | 4     |
| 1 Anwendungsbereich .....                                                                                            | 5     |
| 2 Normative Verweisungen .....                                                                                       | 5     |
| 3 Kurzbeschreibung .....                                                                                             | 5     |
| 4 Reagenzien .....                                                                                                   | 5     |
| 5 Geräte und Hilfsmittel .....                                                                                       | 7     |
| 6 Durchführung .....                                                                                                 | 8     |
| 6.1 Allgemeines .....                                                                                                | 8     |
| 6.2 Vorbereitung der Proben .....                                                                                    | 8     |
| 6.3 Druckunterstützter Aufschluss .....                                                                              | 8     |
| 6.3.1 Vorbereitung der Probe durch Aufschluss — allgemeiner Fall .....                                               | 8     |
| 6.3.2 Vorbereitung der Probe durch Aufschluss — besondere Fälle .....                                                | 9     |
| 6.3.3 Mikrowellen-Aufschluss-Verfahren .....                                                                         | 9     |
| 6.3.4 Vorbereitung von Messlösungen .....                                                                            | 9     |
| 6.4 Atomabsorptionsspektrometrie (Kaltdampf-AAS) .....                                                               | 10    |
| 6.4.1 Spektrometereinstellungen .....                                                                                | 10    |
| 6.4.2 Beispiel für die AAS-Bestimmung mit Kaltdampftechnologie .....                                                 | 10    |
| 6.5 Qualitätskontrolle der Analyse .....                                                                             | 10    |
| 7 Auswertung .....                                                                                                   | 11    |
| 7.1 Berechnung .....                                                                                                 | 11    |
| 7.2 Bestimmungsgrenze .....                                                                                          | 11    |
| 7.3 Zuverlässigkeit des Verfahrens .....                                                                             | 11    |
| 8 Prüfbericht .....                                                                                                  | 12    |
| 9 Alternative Stabilisierungsreagenzien .....                                                                        | 12    |
| 10 Kurzfristige Stabilisierung bei Messung mit Kaliumpermanganat-Lösung .....                                        | 13    |
| Anhang A (normativ) Leistungsfähigkeit des Verfahrens, ermittelt nach dem statistischen<br>Ansatz von ISO 5725 ..... | 14    |
| Anhang B (normativ) Prüfergebnisse des gemeinsamen Ringversuches von ISO 23674 und<br>ISO 23821 .....                | 17    |
| Literaturhinweise .....                                                                                              | 19    |

## Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 23821:2021) 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.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

### Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 23821:2021 wurde von CEN als prEN ISO 23821:2021 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](http://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](http://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](http://www.iso.org/iso/foreword.html).

Dieses Dokument wurde vom Europäischen Komitee für Normung (CEN), Technisches Komitee CEN/TC 392, *Kosmetische Mittel* in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee ISO/TC 217, *Cosmetics*, 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](http://www.iso.org/members.html) zu finden.

## 1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt einen Prozess zur Bestimmung von Quecksilber in kosmetischen Mitteln mittels Kaltdampf-Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) nach Druckaufschluss fest. Dieser Prozess wurde in einem Ringversuch nach ISO 5725-2 [6] unter Verwendung von z. B. Lippenstift, Körperlotion, Zahnpasta und Lidschatten validiert, mit einer Quecksilber-Konzentration im Bereich von 0,110 mg/kg bis 5,84 mg/kg. Statistische Kenndaten bezüglich dieses Ringversuchs werden in Anhang A, Tabelle A.1 bereitgestellt.

Diese Norm wurde parallel zu ISO 23674 entwickelt. Mit diesem Wissen wurde an den gleichen individuell gefertigten kosmetischen Produkten ein Ringversuch durchgeführt, bei dem entweder das eine oder das andere Verfahren angewendet wurde, um nachzuweisen, dass beide Verfahren die gleichen Anforderungen erfüllt haben (siehe Anhang B).

## 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*

ISO 23674, *Cosmetics — Analytical Methods — Determination of mercury in cosmetics by integrated mercury analytical systems*

## 3 Kurzbeschreibung

Als erster Schritt wurde das fertige kosmetische Produkt in einem geschlossenen Gefäß bei hohen Temperaturen und einem hohen Druck unter Verwendung von Mineralsäuren aufgeschlossen. Der Druckaufschluss erfolgt bei einer Temperatur von 200 °C, die durch mikrowellenunterstützte Erwärmung erhalten wird.

Nach Aufschluss der kosmetischen Mittel wird die Quecksilberkonzentration mit der AAS-Kaltdampf-technologie quantitativ bestimmt.

Abhängig von ihrer Art und Zusammensetzung ist es nicht möglich, dass alle kosmetischen Mittel bei der Mineralisierung der Probe rückstandsfrei gelöst werden. Um vergleichbare Ergebnisse zu erhalten, ist es zwingend erforderlich, die für diesen Prozess festgelegten Bedingungen einzuhalten.

Die Messlösung wird in das Reaktionsgefäß der Quecksilber-Analyseneinheit überführt. Von dort wird das Quecksilber nach Reduktion mit zweiwertigem Zinn oder Natriumborhydrid mithilfe eines Trägergasstromes in die Küvette des AAS-Gerätes gespült. Die Absorption bei der Quecksilberlinie 253,7 nm dient als Maß für die Quecksilberkonzentration in der Küvette. Durch Verwendung eines Gold/Platin-Netzes (Amalgamtechnologie) für die Konzentration des ausgetriebenen Quecksilbers vor der Messung in der Küvette ist es möglich, niedrigere Bestimmungsgrenzen (LOQs) zu erreichen.

## 4 Reagenzien

Die verwendeten Reagenzien und das verwendete Wasser müssen so weit frei von Quecksilber sein, dass die Analyse nicht beeinträchtigt wird. Sofern nicht anders angegeben müssen analysenreine Chemikalien verwendet werden, und Lösungen sind als wässrige Lösungen zu verstehen. Es wird Wasser der Qualität 1 nach ISO 3696 verwendet (elektrische Leitfähigkeit unter 0,1 µS/cm bei 25 °C).

**4.1 Chlorwasserstoffsäure**, mindestens  $w = 30 \%$ , Dichte = 1,15 g/ml.

**4.2 Salpetersäure**, mindestens  $w = 65 \%$ , Dichte = 1,4 g/ml.

**4.3 Verdünnte Salpetersäure**, die durch Mischen von Salpetersäure (4.2) mit Wasser in einem Verhältnis von jeweils etwa 1 + 9 Teilen erzeugt wird.

**4.4 Reduktionsmittel**, beispielsweise Zinn(II)-chlorid oder Natriumborhydrid.

Der abwechselnde Einsatz von beiden Reduktionsmitteln (4.4.1 und 4.4.2) wird nicht empfohlen. Zu diesem Zweck müssen die entsprechenden Angaben des Messgeräteherstellers befolgt werden.

Die Massenkonzentrationen der Reduktionsmittellösungen können in Abhängigkeit vom System schwanken. Die entsprechenden Daten des Messgeräteherstellers müssen eingehalten werden.

**4.4.1 Zinn(II)-chlorid-Lösung**, beispielsweise mit einer Massenkonzentration von  $\rho = 100$  g/l.

50 g Zinn(II)-chlorid,  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  werden in einem 500-ml-Messkolben in etwa 100 ml Chlorwasserstoffsäure (4.1) gelöst und mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt. Die Lösung muss vor Gebrauch frisch hergestellt werden.

**4.4.2 Natriumborhydrid-Lösung**, beispielsweise mit  $\rho = 30$  g/l.

3 g Natriumborhydrid und 1 g Natriumhydroxid-Plättchen werden in Wasser gelöst und mit 100 ml Wasser verdünnt. Die Lösung muss täglich frisch hergestellt und vor Gebrauch filtriert werden.

**WARNUNG — Es ist vorgeschrieben, die Sicherheitsanweisungen beim Arbeiten mit Natriumborhydrid einzuhalten. Natriumborhydrid bildet bei Verbindung mit Wasserstoff Säuren, was zu einem explosiven Luft/Wasserstoff-Gemisch führen kann. Ein festinstalliertes Absaugsystem muss in dem Bereich, in dem Messungen durchgeführt werden, eingebaut werden/vorhanden sein.**

#### 4.5 Stabilisierung

Die Standard-, Kalibrier- und Probenaufschlusslösungen werden mit Chlorwasserstoffsäure (4.1) stabilisiert. Es wird empfohlen, in den Lösungen eine Chlorwasserstoffsäurekonzentration von etwa  $\omega = 1 \%$  einzustellen. Alternative Stabilisierungsreagenzien können ebenfalls verwendet werden (siehe Abschnitt 9).

**4.6 Quecksilber-Stammlösung**, mit einer Quecksilber-Massenkonzentration von  $\rho = 1\,000$  mg/l.

Die Stammlösung ist als Handelsprodukt erhältlich. Es wird empfohlen, zertifizierte Stammlösungen zu verwenden. Alternativ kann die aus Quecksilber(II)-oxid hergestellte Stammlösung mit Kaliumdichromat [1] oder die aus Quecksilber(II)-chlorid hergestellte Lösung mit Salpetersäure (4.2) [3] stabilisiert werden.

#### 4.7 Quecksilber-Standardlösungen

Die Stammlösungen werden auf die für die Kalibrierung erforderlichen Konzentrationen unter Zugabe der notwendigen Menge eines Stabilisierungsreagenz (4.6) verdünnt. Dabei werden die Konzentrationen so gewählt, dass der lineare Bereich der Bezugsfunktion nicht überschritten wird. Es wird empfohlen, mindestens 3 Standardlösungen mit verschiedenen Konzentrationen zu verwenden.

Die Säurekonzentration in der Standardlösung muss der Säurekonzentration der Messlösung entsprechen. Quecksilber-Standardlösungen haben selbst bei höheren Konzentrationen eine eher kurze Haltbarkeit und müssen deshalb täglich frisch hergestellt werden.

#### 4.8 Nullwert-Kalibrierlösung

Die Nullwert-Kalibrierlösung muss Wasser, die gleiche Menge Stabilisierungsreagenz wie die Quecksilber-Standardlösungen (4.7) je Liter und die Mengen Salpetersäure (4.2) und Chlorwasserstoffsäure (4.1) enthalten, die den Säurekonzentrationen in der Messlösung entsprechen.

### 5 Geräte und Hilfsmittel

Für die Quecksilber-Bestimmung müssen alle Geräte und Hilfsmittel, die direkt mit der Probe und den eingesetzten Lösungen in Berührung kommen, gründlich vorbehandelt werden, um sicherzustellen, dass Verunreinigungen auf ein Mindestmaß verringert werden. Zur Reinigung werden die folgenden Schritte empfohlen: Abspülen mit Trinkwasser, Behandlung mit einer Scheuermittellösung, erneutes Abspülen mit Trinkwasser und Einlegen über Nacht oder einen längeren Zeitraum in verdünnter Salpetersäure (4.3). Vor dem Gebrauch werden die Geräte abschließend mit Reinstwasser abgespült und getrocknet. Auch das Ausdämpfen von chemisch inerten Gefäßen und Behältern (z. B. aus Quarzglas) mit Salpetersäure (4.2) ist ein effektives Reinigungsverfahren und wird in der Elementspurenanalyse regelmäßig angewendet. Um eine Verunreinigung und Adsorption zu verhindern, werden keine Labormaterialien verwendet, die aus Borsilicatglas bestehen.

#### 5.1 Aufschlussgefäße.

Es werden handelsübliche sicherheitsgeprüfte Druckgefäße und Einsätze aus säurebeständigen und kontaminationsarmen Werkstoffen verwendet. Die montierten Gefäße müssen in der Lage sein, Temperaturen von mindestens bis zu 200 °C sowie Drücken von mindestens bis zu 40 bar sicher zu widerstehen.

**ANMERKUNG** Für den Aufschluss kosmetischer Proben, die möglicherweise hohe Konzentrationen zu bestimmender Elemente aufweisen, werden fest zugeordnete Aufschlussgefäße empfohlen. Um Gedächtniseffekte zu vermeiden, wird ein Blindaufschluss durchgeführt, um Gefäße nach dem Aufschluss hoch belasteter Proben zu reinigen, bevor nachfolgende Proben aufgeschlossen werden.

#### 5.2 Mikrowellenunterstützte Aufschlussgeräte.

Mikrowellenbeheizte Systeme müssen über eine Temperaturmesseinheit verfügen, die gleichzeitig die Leistungssteuerung der Mikrowelle regelt. Eine zuverlässige Temperaturmessung wird z. B. durch Messfühler erhalten, die in das Druckgefäß eingesetzt werden. Es werden ausschließlich mikrowellenunterstützte Aufschlussgeräte verwendet, die mit Temperaturfühlern ausgestattet sind, und der Temperaturfühler wird vor Gebrauch kalibriert.

#### 5.3 Membranfilter, Porengröße: 0,45 µm.

Das verwendete Membranfilter muss gegenüber der Säurekonzentration der Messlösung inert sein und darf keinerlei Verunreinigungen in die Messlösung einbringen oder zur Adsorption der Analyten führen. Es gibt mehrere handelsübliche Arten von Membranwerkstoffen (z. B. PTFE, PP), und deren Gebrauchstauglichkeit muss mittels geeigneter Messungen (z. B. Blindproben, Qualitätskontrollproben) verifiziert werden.

#### 5.4 Atomabsorptionsspektrometer, wahlweise verfügbar mit Untergrundkompensationsfunktion und einschließlich Zubehör für die Kaltdampftechnologie oder Amalgamtechnologie.

Alternativ zu manuellen Verfahren können Fließinjektionssysteme angewendet werden.

#### 5.5 Elementspezifische Lampe für Quecksilber

Messung bei 253,7 nm.

## 6 Durchführung

### 6.1 Allgemeines

**WARNUNG** — Die Anwendung dieser Norm kann die Anwendung gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Diese Norm behandelt nicht alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Norm, vor ihrer Anwendung geeignete Maßnahmen für die Sicherheit und den Gesundheitsschutz des Personals zu ergreifen, und dafür Sorge zu tragen, dass für diesen Zweck gesetzliche Anforderungen erfüllt werden.

Während aller Prozessschritte muss sichergestellt werden, dass es nicht zu Verlusten des Analyten kommt und dass die Verunreinigung so gering wie möglich gehalten wird.

### 6.2 Vorbereitung der Proben

Vor dem Aufschluss der Probe ist es erforderlich, eine geeignete Vorbereitung (z. B. Homogenisieren, Mischen, Zerkleinern) durchzuführen [13]]. Nach der Homogenisierung werden die Geräte gründlich gereinigt, um eine Verunreinigung der nachfolgenden Probe auszuschließen. Der Schritt der Probenvorbereitung muss ein homogenes Ausgangsmaterial für eine abgewogene Probenmenge sicherstellen.

### 6.3 Druckunterstützter Aufschluss

**WARNUNG 1** — In Abhängigkeit vom Grad der Reaktivität der Probe kann es erforderlich sein, geringere Mengen als in 6.3.1 festgelegt einzuwiegen, um extreme Reaktionen oder Explosionen zu verhindern. Es muss berücksichtigt werden, dass der Aufschluss von Proben mit hohem Kohlenstoffgehalt (z. B. Kohlenhydrate, Fette, Öle, Wachse) zu Explosionen führen kann. Alkohole oder Lösemittel können in Verbindung mit konzentrierter Salpetersäure bereits bei Raumtemperatur zeitverzögert zu heftigen Reaktionen führen. Daher wird dringend empfohlen, alle flüchtigen Bestandteile schonend abzdampfen, bevor die Säure zugefügt wird (6.3.2).

**WARNUNG 2** — Proben, die nicht von Säure bedeckt sind, können zu einer örtlichen Überhitzung des Aufschlussgefäßes führen und somit ein örtliches Schmelzen und nachfolgend ein Bersten des Aufschlussbehälters verursachen. Vor dem Aufschluss wird sichergestellt, dass die gesamte Probe vollständig mit der Säuremischung bedeckt ist.

Temperatur und Druck in den Gefäßen müssen sorgfältig geregelt werden, um einen ordnungsgemäßen Aufschluss sicherzustellen. Um Temperatur- und Druckunterschiede zwischen Gefäßen zu vermeiden, sollten nur Proben mit ähnlicher Zusammensetzung in derselben Charge des mikrowellenunterstützten Aufschlusses aufgeschlossen werden.

#### 6.3.1 Vorbereitung der Probe durch Aufschluss — allgemeiner Fall

Etwa 200 mg Probe werden präzise in einen Aufschlussbehälter eingewogen.

1 ml Wasser wird zugefügt, und es wird gründlich mit einer Schüttelvorrichtung gemischt, bis die Probe vollständig im Wasser suspendiert ist.

5 ml Salpetersäure (4.2) werden zur Mischung gegeben und es wird erneut gemischt. Die Probe sollte vollständig mit der Lösung bedeckt sein. Die Mischung wird in einem geschlossenen Aufschlussgefäß ruhen gelassen, um sicherzustellen, dass die Vorreaktion stattfindet. In Abhängigkeit vom reaktiven Verhalten der Probe kann die Dauer der Vorreaktion Ruhezeiten von 30 Minuten bis über Nacht erfordern.

Dann wird 1 ml Chlorwasserstoffsäure (4.1) zugefügt und es wird kurz gemischt. Nach Zufügen der Chlorwasserstoffsäure muss der Druckbehälter sofort geschlossen und versiegelt werden um sicherzustellen, dass das gebildete Chlorgas für die Reaktion zur Verfügung steht und nicht verdampft.

### 6.3.2 Vorbereitung der Probe durch Aufschluss — besondere Fälle

- Bei kosmetischen Mitteln auf stark wasserbasierter Basis wie Lotion, Milchlotion, Reiniger und Mizellenwasser könnte eine Probenmasse von 400 mg erreicht werden. In diesem Fall ist vor dem Zufügen von Säuren (6.3.1) kein Zufügen von Wasser erforderlich.
- Für alle anderen besonderen Fälle kann die Probenmasse angepasst werden, das Verhältnis zwischen Probenmasse und Säurevolumen (6.3.1) darf jedoch nicht geändert werden.

Bei Proben mit hohem flüchtigen Gehalt wird aus Sicherheitsgründen dringend empfohlen, flüchtige Anteile im Anschluss an den Verlust von Probenmasse (z. B. in einem Wasserbad bei 60 °C) nach dem Einwiegen in den Aufschlussbehälter, aber vor dem Zufügen der Säure (6.3.1) durch vorsichtiges Aufwärmen vollständig zu entfernen. In diesem Zusammenhang muss besonders darauf geachtet werden, Verluste der spezifischen Elemente zu verhindern.

Aufgrund von Bedenken hinsichtlich der Heterogenität der Probe wird eine Masse von weniger als 100 mg nicht empfohlen.

### 6.3.3 Mikrowellen-Aufschluss-Verfahren

**WARNUNG — Während aller Schritte des Aufschlussprozesses müssen die Sicherheitsinformationen des Herstellers genau befolgt werden.**

Die Proben werden mit einem dreistufigen Heizprogramm bearbeitet:

- a) die Wärme wird in 30 min von Raumtemperatur auf 200 °C erhöht;
- b) die Temperatur wird 30 min bei 200 °C gehalten;
- c) es wird auf 50 °C abgekühlt, bevor die Behälter der Mikrowelle entnommen werden.

Es ist zwingend erforderlich, 30 min eine Temperatur von 200 °C aufrechtzuerhalten, um vergleichbare Ergebnisse zu erzielen, da ein vollständiger Aufschluss nicht für alle Arten von Proben möglich ist.

**WARNUNG — In Abhängigkeit von der Reaktivität der Probe kann es notwendig sein, eine geringere Aufwärmgeschwindigkeit als festgelegt auszuwählen, um heftige Reaktionen oder Explosionen zu verhindern.**

### 6.3.4 Vorbereitung von Messlösungen

Vor dem Öffnen werden die Behälter auf Raumtemperatur abgekühlt. Die Vorschriften des Herstellers werden befolgt. Die Aufschlusslösung wird quantitativ in einen Behälter überführt und mit Wasser auf 20 ml verdünnt. Die Lösung wird 1 : 9 weiter mit Wasser verdünnt.

**ANMERKUNG** Ein anderes Volumen der Zwischenverdünnung kann verwendet werden, wenn die Aufschlusslösung quantitativ aus dem Aufschlussbehälter übertragen wird, solange die endgültige Verdünnung unverändert bleibt. Die Aufschlusslösung wird beispielsweise überführt und mit Wasser auf 50 ml verdünnt, und dann wird diese Lösung 1 : 3 mit Wasser weiter verdünnt.

Eine weitere Verdünnung der Proben kann erforderlichenfalls durchgeführt werden, um dafür zu sorgen, dass die Analytkonzentration innerhalb des linearen Kalibrierbereichs gebracht wird. Es wird sichergestellt,

dass die auf diese Weise erhaltene Messlösung die gleichen Säurekonzentrationen enthält wie die nach 4.10 hergestellten Kalibrierlösungen.

Alle Rückstände werden entfernt, indem die endgültige Lösung mit einem Membranfilter (5.3) dekantiert oder filtriert wird.

Die Stabilität des Quecksilbers in der Aufschlusslösung hängt von der Art und Konzentration der für den Aufschluss verwendeten Säure, von den Werkstoffen des für die Lagerung verwendeten Behälters und von der Quecksilberkonzentration ab. Es wird daher empfohlen, die Aufschlusslösung z. B. mit Chlorwasserstoffsäure (4.1) zu stabilisieren.

## 6.4 Atomabsorptionsspektrometrie (Kaltdampf-AAS)

### 6.4.1 Spektrometereinstellungen

Für die Entwicklung eines Messprogramms werden zunächst die Einstellungen des Gerätes nach der Bedienungsanleitung des Herstellers vorgenommen. Anschließend werden die Einstellungen optimiert, wobei insbesondere auf den Gasfluss und die zugeführten Zinn(II)-chlorid- (4.4.1) oder Natriumborhydrid-Mengen (4.4.2) zu achten ist.

### 6.4.2 Beispiel für die AAS-Bestimmung mit Kaltdampftechnologie

Falls erforderlich, wird die Nulleinstellung des Geräts mit der in 4.11 beschriebenen Nullwert-Kalibrierlösung vorgenommen.

Für die Aufstellung von Bezugsfunktionen werden die jeweils geeigneten Standardlösungen verwendet. Falls möglich wird die Messwertanzeige mithilfe der Standardlösungen direkt in der geforderten Konzentration kalibriert. Der lineare Bereich der Bezugsfunktion wird in regelmäßigen Abständen überprüft. Die Säurekonzentrationen der Bezugslösungen müssen den Probemesslösungen (6.2.4) entsprechend angepasst werden.

Nach Erstellung der Bezugsfunktionen kann die Aufschlusslösung entweder direkt oder, wenn ihre Konzentration außerhalb des linearen Bereichs liegt, nach entsprechender Verdünnung für die Messung verwendet werden. Bei längeren Messreihen empfiehlt es sich, den Nullpunkt und die Kalibrierung in regelmäßigen Abständen zu überprüfen.

Um die Absorption von Quecksilber an den Wänden der Messgefäße zu verhindern und um die Stabilität der Standard- und der Messlösungen (6.2.4) bei längeren Messreihen zu erhöhen, wird empfohlen, einige Tropfen Kaliumpermanganat-Lösung (siehe Abschnitt 10) zu der Messlösung (6.2.4) im Messgefäß zuzugeben, bis eine bleibende Rotfärbung erreicht ist. Dieser Ansatz wird 10 min stehen gelassen, bevor er zur Messung an die Reaktionseinheit angeschlossen wird.

Obwohl eine Untergrundkompensation bei der Kaltdampftechnologie selten erforderlich ist, muss dennoch für jede Matrix verifiziert werden, ob eine Untergrundkorrektur erforderlich ist oder nicht.

## 6.5 Qualitätskontrolle der Analyse

Zur Qualitätskontrolle werden Referenzmaterialien oder Kontrollproben mit zuverlässig festgestellten Gehalten an Quecksilber aufgeschlossen und für jede Prüfreihe gemessen. Zusätzlich werden für jede Aufschlussreihe Blindlösungen hergestellt und gemessen, die ebenfalls alle Schritte des Verfahrens einschließen. Es werden Blindaufschlüsse durchgeführt. Zu diesem Zweck wird der Aufschluss, wie in 6.2 beschrieben, anstelle der Probe durchgeführt und die Messlösung (6.2.4) hergestellt. Der Blindaufschluss dient zur Kontrolle von Blindwerten, die von Gefäßen und Säuren oder durch andere Arten von Verunreinigungen verursacht werden können.