

Probenaufarbeitung für die Elementbestimmung in kosmetischen Mitteln und Tätowiermitteln - Tipps der Arbeitsgruppe „Elemente und Elementspezies“ der Lebensmittelchemischen Gesellschaft, Fachgruppe in der GDCh



K. Schöberl - Stuttgart, R. Habernegg - Oberschleißheim, N. Prühs - Mettmann, L. Viehweger - Halle

Aufschlussmethode

Für Elementbestimmungen wird ein Druckaufschluss von kosmetischen Mitteln unter genau definierten Bedingungen durchgeführt. Er ist in der ASU K84.00-29 beschrieben [1].

Man erhält je nach Probenart nicht immer einen Totalaufschluss, sondern eine Extraktion, die eine genaue Einhaltung der Aufschlussbedingungen nach [1] erfordert.

Vor dem Aufschluss muss eine geeignete **Probenvorbereitung** durchgeführt werden (Homogenisieren, Zerkleinern, Mischen)

Probeneinwaage

- Trockene, pulverige Proben müssen vor der Säurezugabe mit Wasser aufgeschlämmt werden.
- Flüssige oder pastöse Proben können zur leichteren Handhabung in Gelatinekapseln eingewogen werden. Diese ins Aufschlussgefäß geben (leere Kapsel auch beim Blindwert hinzufügen).
- Lösungsmittel oder Alkohole (z.B. bei Nagellack) müssen vor der Säurezugabe entfernt werden (z.B. im Trockenschrank oder mit IR-Strahlung).



Aufschlussgefäße

- Die Aufschlussgefäße müssen gründlich gereinigt werden. Dabei darf die Oberfläche der Innenseite nicht zerkratzt werden, sonst adsorbieren Elemente an der rauen Innenseite und entgehen der Bestimmung.
- Rückstände in den Aufschlussgefäßen werden u.a. durch fett- und wachshaltige Produkte (z.B. Make-up) verursacht. Sie sind in Kunststoff- oder Fluorkunststoffgefäßen schwer zu erkennen (nicht transparente Wandung). Empfehlung: Quarzgefäße können leicht visuell überprüft werden.
- Aufschlussgefäße für Kosmetikproben sollten nicht für Aufschlüsse zur Spurenanalytik z.B. bei Lebensmitteln verwendet werden.



Aufschluss

- Das Verhältnis Einwaage zu Säuremenge muss unbedingt eingehalten werden (siehe [1]).
- Der Aufschluss erfolgt immer mit HNO₃ unter Zugabe von HCl direkt vor Verschließen der Gefäße.
- Die Aufschlussstemperatur muss direkt in den Aufschlussgefäßen gemessen werden (hierfür müssen geeignete Temperaturmessfühler verwendet werden).
- Langsame Mikrowellen-Heizrate bis zur Aufschlussstemperatur 200 °C wählen.
- Maximaltemperatur von 200 °C - 30 Minuten lang halten.



Messung

Vor der Messung müssen Rückstände immer abgetrennt werden. Je nach Messverfahren muss die Aufschlusslösung ausreichend verdünnt werden - bei Messung mit ICP-MS immer!!

Folgende amtliche Untersuchungsverfahren stehen zur Verfügung:

- ASU K84.00-31 (ICP-MS) - ASU K84.00-32 (ICP-OES)
- ASU K84.00-33 (Kaldampf-AAS)

Sie sind nur für die Elemente Sb, As, Ba, Pb, Cd, Ni, Hg und nur für bestimmte Konzentrationsbereiche validiert.



T
i
p
p
s

