E DIN EN ISO 7012-3:2024-04 (D/E)

Erscheinungsdatum: 2024-03-15

Beschichtungsstoffe - Bestimmung von Konservierungsmitteln in wasserverdünnbaren Beschichtungsstoffen - Teil 3: Bestimmung von Isothiazolinonen im Gebinde mit LC-UV und LC-MS-MS (ISO/DIS 7012-3:2024); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 7012-3:2024

Paints and varnishes - Determination of preservatives in water-dilutable coating materials - Part 3: Determination of in-can isothiazolinones with LC-UV and LC-MS (ISO/DIS 7012-3:2024); German and English version prEN ISO 7012-3:2024

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort 7

Vorwort 8

1 Anwendungsbereich 9

2 Normative Verweisungen 9

3 Begriffe 9

4 Kurzbeschreibung 10

5 Gerät 10
5.1 Ausrüstung zur Extraktion und Probenvorbereitung 10
5.2 LC-UV/VIS-System 11
5.3 LC-MS/MS- oder LC-MS-System 11

6 Reagenzien und Werkstoffe 11

7 Probenahme 13

8 Durchführung 13
8.1 LC-UV/VIS-Verfahren 13
8.1.1 Extraktion beim LC-UV/VIS-Verfahren 13
8.1.2 Betriebsbedingungen beim LC-UV/VIS-Verfahren 14
8.1.3 Blindprobe 14
8.1.4 Störungen beim LC-UV/VIS-Verfahren 14
8.1.5 Kalibrierung beim LC-UV/VIS-Verfahren 14
8.1.6 Bestimmung durch das LC-UV/VIS-Verfahren 15
8.2 LC-MS-Verfahren 15
8.2.1 Extraktion beim LC-MS-Verfahren 15
8.2.2 Weitere Verdünnung 16
8.2.3 Filtration 16
8.2.4 Betriebsbedingungen beim LC-MS-Verfahren 16
8.2.5 Blindprobe 16
8.2.6 Störungen beim LC-MS-Verfahren 16
8.2.7 Kalibrierung beim LC-MS-Verfahren 17
8.2.8 Bestimmung durch das LC-MS-Verfahren 18

9 Berechnung 18

10 Präzision 18
10.1 Allgemeines 18
10.2 Wiederholgrenze *r* 19
10.3 Vergleichgrenze *R* 19

11 Prüfbericht 19

Anhang A (informativ) Beispiel für LC-Bedingungen ... 21
A.1 Messgerätekenngrößen ... 21
A.2 Nachweisgrenzen des Messgerätes beim LC-UV-Verfahren ... 22
A.3 Beispiele für typische LC-Chromatogramme ... 22

Anhang B (informativ) Beispiel für die Mehrfachreaktionsüberwachung (MRM, en: Multiple Reaction Monitoring) unter LC-MS/MS-Bedingungen ... 24
B.1 Messgerätekenngrößen ... 24
B.2 Typische MRM-Bedingungen und Nachweisgrenzen des Messgerätes ... 25
B.3 Beispiele für typische LC-MS/MS-Chromatogramme ... 25

Anhang C (informativ) Berechnung des Konservierungsmittelgehaltes mit Standardaddition für das LC-MS-Verfahren ... 27
C.1 Analyse des Gehaltes ... 27

Anhang D (informativ) Mechanisches Verfahren für die Homogenisierung und Extraktion ... 30
D.1 Technische Ausrüstung ... 30
D.2 Durchführung ... 30
D.2.1 Homogenisierung und Extraktion mithilfe eines Rührers und eines Ultraschallwasserbades ... 30
D.2.2 Homogenisierung und Extraktion mithilfe eines Rührers ... 30

Anhang E (informativ) Ergebnisse des Ringversuches ... 31

Literaturhinweise ... 33

Bilder

Bild A.1 — Mehrkomponenten-Standardlösung bei 275 nm ... 22

Bild A.2 — Mehrkomponenten-Standardlösung bei 318 nm ... 23

Bild B.1 — Beispiel eines typischen LC-MS/MS-Chromatogramms ... 26

Bild D.1 — Schematische Darstellung der internen Kalibrierung mit dem Standardadditionsverfahren ... 28

Tabellen

Tabelle B.1 — Typische MRM-Bedingungen und Nachweisgrenzen ... 25

Tabelle D.1 — Pipettierschema für den Ansatz der Standardaddition ... 27

Tabelle E.1 — Ergebnisse der Ringversuche — LC-UV-Verfahren ... 31

Tabelle E.2 — Ergebnisse der Ringversuche — LC-MS- und LC-MS/MS-Verfahren ... 31