

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 Vergleichsgrenze R	19
11 Prüfbericht.....	19

Anhang A (informativ) Beispiel für LC-Bedingungen	21
A.1 Messgerätekenngößen	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 Messgerätekenngößen	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