

DIN EN ISO 7012-3:2025-09 (D)

Beschichtungsstoffe - Bestimmung von Konservierungsmitteln in wasserverdünnbaren Beschichtungsstoffen - Teil 3: Bestimmung von Isothiazolinonen im Gebinde mit LC-UV und LC-MS-MS (ISO 7012-3:2025); Deutsche Fassung EN ISO 7012-3:2025

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort.....	8
Vorwort.....	9
1 Anwendungsbereich.....	10
2 Normative Verweisungen.....	10
3 Begriffe.....	10
4 Kurzbeschreibung.....	11
5 Gerät.....	11
5.1 Allgemeines.....	11
5.2 Ausrüstung zur Extraktion und Probenvorbereitung.....	11
5.3 LC-UV/VIS-System.....	12
5.4 LC-MS/MS- oder LC-MS-System.....	12
6 Reagenzien und Werkstoffe.....	12
7 Probenahme.....	14
8 Durchführung.....	14
8.1 Allgemeines.....	14
8.2 LC-UV/VIS-Verfahren.....	14
8.2.1 Extraktion beim LC-UV/VIS-Verfahren.....	14
8.2.2 Betriebsbedingungen beim LC-UV/VIS-Verfahren.....	15
8.2.3 Blindprobe.....	15
8.2.4 Störungen beim LC-UV/VIS-Verfahren.....	15
8.2.5 Kalibrierung beim LC-UV/VIS-Verfahren.....	15
8.2.6 Bestimmung durch das LC-UV/VIS-Verfahren.....	16
8.3 LC-MS-Verfahren.....	16
8.3.1 Extraktion beim LC-MS-Verfahren.....	16
8.3.2 Weitere Verdünnung.....	17
8.3.3 Filtration.....	17
8.3.4 Betriebsbedingungen beim LC-MS-Verfahren.....	17
8.3.5 Blindprobe.....	18
8.3.6 Störungen beim LC-MS-Verfahren.....	18
8.3.7 Kalibrierung beim LC-MS-Verfahren.....	18
8.3.8 Bestimmung durch das LC-MS-Verfahren.....	19
9 Berechnung.....	19
10 Präzision.....	20
10.1 Allgemeines.....	20
10.2 Wiederholgrenze, r	20
10.3 Vergleichsgrenze, R	20
11 Prüfbericht.....	21
Anhang A (informativ) Beispiel für LC-Bedingungen.....	22
A.1 Messgerätekenngößen.....	22

A.2	Nachweisgrenzen des Messgerätes beim LC-UV/VIS-Verfahren.....	23
A.3	Beispiele für typische LC-Chromatogramme.....	23
Anhang B (informativ) Beispiel für die Mehrfachreaktionsüberwachung (MRM, en: Multiple Reaction Monitoring) unter LC-MS/MS-Bedingungen.....		
		26
B.1	Messgerätekenngößen	26
B.2	Typische MRM-Bedingungen und Nachweisgrenzen des Messgerätes.....	27
B.3	Beispiele für typische LC-MS/MS-Chromatogramme	27
Anhang C (normativ) Berechnung des Konservierungsmittelgehaltes mit Standardaddition für das LC-MS-Verfahren.....		
		29
Anhang D (informativ) Mechanisches Verfahren für die Homogenisierung und Extraktion.....		
		32
D.1	Gerät.....	32
D.2	Verfahren.....	32
D.2.1	Homogenisierung und Extraktion mithilfe eines Rührers und eines Ultraschallwasserbades	32
D.2.2	Homogenisierung und Extraktion mithilfe eines Rührers.....	32
Anhang E (informativ) Ergebnisse des Ringversuches.....		
		33
Literaturhinweise		
		35

Bilder

Bild A.1	— Beispiel einer Mehrkomponenten-Standardlösung bei 275 nm.....	24
Bild A.2	— Beispiel einer Mehrkomponenten-Standardlösung bei 318 nm.....	25
Bild B.1	— Beispiele für typische LC-MS/MS-Chromatogramme.....	28
Bild C.1	— Schematische Darstellung der internen Kalibrierung mit dem Standardadditionsverfahren	30

Tabellen

Tabelle A.1	— Gradient 1.....	22
Tabelle A.2	— Gradient 2.....	23
Tabelle A.3	— Nachweisgrenzen des Messgeräts beim LC-UV/VIS-Verfahren.....	23
Tabelle B.1	— Gradient.....	26
Tabelle B.2	— Typische MRM-Bedingungen und Nachweisgrenzen	27
Tabelle C.1	— Pipettierschema für den Ansatz der Standardaddition.....	29
Tabelle E.1	— Ergebnisse der Ringversuche — LC-UV/VIS-Verfahren.....	33
Tabelle E.2	— Ergebnisse der Ringversuche — LC-MS- und LC-MS/MS-Verfahren	34