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 Vergleichgrenze, *R* 20
11 Prüfbericht 21
Anhang A (informativ) Beispiel für LC-Bedingungen 22
A.1 Messgerätekenngrößen 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 Messgerätekenngrößen ... 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