DIN EN ISO 18254-2:2019-09 (D)

Textilien - Verfahren zum Nachweis und zur Bestimmung von Alkylphenolethoxylaten (APEO) - Teil 2: Verfahren unter Verwendung von NPLC (ISO 18254-2:2018); Deutsche Fassung EN ISO 18254-2:2019

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort 4

Vorwort 5

Einleitung 6

1 Anwendungsbereich 7

2 Normative Verweisungen 7

3 Begriffe 7

4 Kurzbeschreibung 7

5 Reagenzien 7

6 Prüfgeräte 8
6.1 Allgemeines 8
6.2 Prüfgeräte und Hilfsmittel für die Probenvorbereitung 8
6.3 Chromatographie-Gerät 8

7 Durchführung 9
7.1 Herstellung des Standards 9
7.2 Mobile Phase bei HPLC 9
7.2.1 Methanol mit 0,1 % Ameisensäure und 0,01 % Ammoniumformiat 9
7.2.2 Acetonitril mit 0,1 % Ameisensäure 9
7.3 Probenvorbereitung 9
7.4 Probenextraktion 9
7.5 Probenanalyse 9

8 Berechnung und Kalibrierung 10
8.1 Berechnung des prozentualen Anteils jedes APEO-Kongeners in der Standardlösung 10
8.2 Berechnung der Konzentration jedes APEO-Kongeners in der Standardlösung 10
8.3 Berechnung der Konzentration jedes APEO-Kongeners in der Probe 10
8.4 Berechnung der Gesamtkonzentration aller APEO-Kongenere in der Probe 11
8.5 Kalibrierkurve 11

9 Prüfbericht 11

Anhang A (informativ) Beispiele für Chromatographiebedingungen 12
A.1 Vorbemerkung 12
A.2 Chromatographiebedingungen 12
A.2.1 Bedingungen für die Normalphasenflüssigchromatographie 12
A.2.2 Detektorbedingungen 13

Anhang B (informativ) Beispiele für Festphasenextraktionsverfahren (SPE) zur Reinigung 19
B.1 Allgemeines 19
B.2 Verfahren bei Silica-Sorbens 19
B.3 Verfahren bei Divinylbenzol-Vinylpyrrolidon-Copolymer-Sorbens 19

Anhang C (informativ) Ergebnisse des Ringversuchs 20

Anhang D (informativ) Studie zum prozentualen Anteil (Molenbruch) der APEO-Kongenere 21

Literaturhinweise 23

Bilder

Bild A.1 — FLD-Chromatogramm von NPEO mit Gradientbedingung (1) **16**
Bild A.2 — FLD-Chromatogramm von OPEO mit Gradientbedingung (1) **16**
Bild A.3 — FLD-Chromatogramm von NPEO mit Gradientbedingung (2) **17**
Bild A.4 — FLD-Chromatogramm von OPEO mit Gradientbedingung (2) **17**
Bild A.5 — Überlagerung von FLD-Chromatogrammen von OPEO und NPEO mit Gradientbedingung (2) **18**
Bild D.1 — Vergleich des prozentualen Anteils **22**

Tabellen

Tabelle A.1 — Massen für die Quantifizierung von APEO in LC/MS **14**
Tabelle A.2 — Massen für die Quantifizierung von APEO in LC/MS/MS **15**
Tabelle C.1 — Statistische Daten des Ringversuchs (Probe mit hoher APEO Konzentration) **20**
Tabelle C.2 — Statistische Daten des Ringversuchs (Probe mit geringer APEO Konzentration) **20**
Tabelle D.1 — Gemittelte Ergebnisse des prozentualen Anteils (Molenbruch) **21**