DIN EN 16453:2014-06 (D)

Zellstoff, Papier und Karton - Bestimmung von Phthalaten in Papier- und Kartonextrakten; Deutsche Fassung EN 16453:2014

Inhalt

Seite

Vorwort 4

1 Anwendungsbereich 5

2 Normative Verweisungen 5

3 Kurzbeschreibung 6
3.1 Allgemeines 6
3.2 Störungen 6

4 Prüfmittel 6
4.1 Allgemeines 6
4.2 Pasteurpipetten 7
4.3 Markierte Vollpipetten mit 0,05 ml, 0,2 ml, 0,5 ml, 1 ml, 2 ml, 5 ml und 10 ml 7
4.4 Messkolben zu 5 ml, 10 ml, 50 ml und 100 ml 7
4.5 Glasflasche mit Schraubverschluss PYREX mit 250 ml, mit Polytetrafluorethylen-Septum 7
4.6 Messzylinder von 200 ml 7
4.7 Rundkolben zu 50 ml und 250 ml 7
4.8 Glastrichter 7
4.9 Glasflasche mit Schraubverschluss und Polytetrafluorethylen-Septum für den Einmalgebrauch (das Fassungsvermögen wird dem Volumen des Konzentrats angepasst) 7

5 Geräte 7
5.1 Analysenwaage: mit der Möglichkeit zur exakten Einwaage von 0,000 1 g 7
5.2 Laborheizer für Rundkolben 7
5.3 Rotationsverdampfer 7
5.4 Gaschromatograph mit gekoppeltem Massenspektrometers (GC-MS) 7

6 Reagenzien 7
6.1 Allgemeines 7
6.2 Gase für den Betrieb des Gaschromatographen/Massenspektrometers, von hoher Reinheit und gemäß den Herstellerangaben 7
6.3 Ethylacetat (Essigsäureethylester), $C_4H_8O_2$, CAS N° 141-78-6 7
6.4 Isooktan, C_8H_{18}, CAS N° 540-84-1 7
6.5 Interne Standard-Stammlösung: z. B. d4-Ring-deuteriertes-dibutylphthalat (D4-Ring-DBP) mit 10 g/l 7
6.5.1 6.5.1 Allgemeines 7
6.5.2 Lösung A, interner Standard mit 100 mg/l in Ethylacetat 8
6.5.3 Lösung B, interner Standard mit 10 mg/l in Ethylacetat 8
6.5.4 Lösung C, interner Standard mit 0,5 mg/l in Ethylacetat 8
6.6 Phthalat-Stammlösungen einzelner Phthalate mit 1 000 mg/l in Ethylacetat 8
6.6.1 Allgemeines 8
6.6.2 Zwischenlösungen der Phthalate mit 50 mg/l in Ethylacetat 8
6.6.3 Phthalat-Standard-Kalibrierlösungen in Isooktan 8
6.6.4 Lösungen der einzelnen Phthalate in Ethylacetat mit 1 mg/l zur Bestimmung der GC-Retentionszeiten 8

7 Probenahme 8

8 Probenvorbereitung aus Wasserextrakten 9

9 Probenvorbereitung aus organischen Lösemittelextrakten 9

10 Probenvorbereitung aus MPPO-Extrakten 9

11 Durchführung 9

11.1 GC-Parameter 9
11.1.1 Beispiel für die Ausstattung und den Betrieb des Gaschromatographen 9
11.1.2 Einstellungen am Massenspektrometer 10
11.2 Kalibrierung 10
11.3 Probenanalyse 10

12 Angaben der Ergebnisse 11
12.1 Angabe der Messergebnisse für organische Lösemittelextrakte 11
12.2 Angabe der Messergebnisse für MPPO-Extrakte 11

13 Prüfbericht 11

14 Präzisionsdaten 12

Anhang A (informativ) GC-MS Total-Ionen-Chromatogramm einer Standard-Kalibrier-Lösung mit 2 mg/l je Phthalat 13