



**SLOVENSKI STANDARD**  
**oSIST prEN ISO 21084:2018**  
**01-junij-2018**

---

**Tekstilije - Metoda za določevanje alkilfenolov (AP) (ISO/DIS 21084:2018)**

Textiles - Method for determination of alkylphenols (AP) (ISO/DIS 21084:2018)

Textilien - Verfahren zur Bestimmung von Alkylphenolen (AP) (ISO/DIS 21084:2018)

Textiles - Méthode de détermination de la teneur en alkylphénols (AP) (ISO/DIS 21084:2018)

**Ta slovenski standard je istoveten z: prEN ISO 21084**

**ICS:**

59.080.01      Tekstilije na splošno      Textiles in general

**oSIST prEN ISO 21084:2018**

**de**



EUROPÄISCHE NORM  
EUROPEAN STANDARD  
NORME EUROPÉENNE

ENTWURF  
prEN ISO 21084

April 2018

ICS 59.060.01

Vorgesehen als Ersatz für

Deutsche Fassung

## Textilien - Verfahren zur Bestimmung von Alkylphenolen (AP) (ISO/DIS 21084:2018)

Textiles - Method for determination of alkylphenols  
(AP) (ISO/DIS 21084:2018)

Textiles - Méthode de détermination de la teneur en  
alkylphénols (AP) (ISO/DIS 21084:2018)

Dieser Europäische Norm-Entwurf wird den CEN-Mitgliedern zur parallelen Umfrage vorgelegt. Er wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 248 erstellt.

Wenn aus diesem Norm-Entwurf eine Europäische Norm wird, sind die CEN-Mitglieder gehalten, die CEN-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist.

Dieser Europäische Norm-Entwurf wurde von CEN in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch) erstellt. Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem CEN-CENELEC-Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevante Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

**Warnvermerk** : Dieses Schriftstück hat noch nicht den Status einer Europäischen Norm. Es wird zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt. Es kann sich noch ohne Ankündigung ändern und darf nicht als Europäischen Norm in Bezug genommen werden.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG  
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION  
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

## Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort .....	3
Vorwort .....	4
Einleitung .....	5
1 Anwendungsbereich .....	6
2 Kurzbeschreibung .....	6
3 Sicherheitsvorkehrungen .....	6
4 Reagenzien .....	6
5 Prüfeinrichtung .....	6
5.1 Geräte und Hilfsmittel für die Probenvorbereitung .....	7
5.2 Chromatographische Ausrüstung .....	7
6 Durchführung .....	7
6.1 Herstellung des Standards .....	7
6.2 Probenvorbereitung .....	7
6.3 Probenextraktion .....	7
6.4 Probenanalyse .....	8
7 Berechnung und Kalibrierung .....	8
7.1 Kalibrierkurve .....	8
7.2 Externe Kalibrierung .....	8
7.3 Berechnung von jedem AP in der Probe .....	8
8 Prüfbericht .....	9
Anhang A (informativ) Beispiele für chromatographische Bedingungen — GC-MS/MS .....	10
Anhang B (informativ) Beispiele für chromatographische Bedingungen — LC/MS/MS und LC/FLD .....	14
Anhang C (informativ) Ergebnisse des Ringversuchs .....	16
Literaturhinweise .....	18

## Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 21084:2018) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 38 „Textiles“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 248 „Textilien und textile Erzeugnisse“ erarbeitet, dessen Sekretariat von BSI gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

### Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 21084:2018 wurde von CEN als prEN ISO 21084:2018 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

SIST EN ISO 21084:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9f533e49-c4a2-4d40-ba4a-dff6428d0f73/sist-en-iso-21084-2019>

## Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der empfangenen Patentklärungen (siehe [www.iso.org/patents](http://www.iso.org/patents)).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: [www.iso.org/iso/foreword.html](http://www.iso.org/iso/foreword.html).

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist das Technische Komitee [oder Projektkomitee] ISO/TC [oder ISO/PC] ###, [Titel des Komitees], Unterkomitee SC ##, [Titel des Unterkomitees]

Diese zweite/dritte/... Ausgabe ersetzt die erste/zweite/... Ausgabe (ISO #####.###), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

— xxx xxxxxxxx xxx xxxxx

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO ##### ist auf der ISO-Internetseite abrufbar.

## Einleitung

Diese Norm legt das Verfahren zur quantitativen und qualitativen Analyse von extrahierbaren Alkylphenolen (AP) ohne Derivatisierungsschritt in textilen Produkten fest. Diese Norm erfordert die Anwendung von GC-MS/MS (Gaschromatograph mit Tandem-Massenspektrometer), LC/MS/MS (Flüssigkeitschromatograph mit Tandem-Massenspektrometer) oder LC/FLD (Flüssigkeitschromatograph mit Fluoreszenzdetektor).

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

SIST EN ISO 21084:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9f533e49-c4a2-4d40-ba4a-dff6428d0f73/sist-en-iso-21084-2019>

## prEN ISO 21084:2018 (D)

### 1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt das Verfahren zur quantitativen und qualitativen Analyse von extrahierbaren Alkylphenolen (AP) ohne Derivatisierungsschritt in textilen und textilähnlichen Produkten fest.

Diese Norm erfordert die Anwendung von GC-MS/MS (Gaschromatograph mit Tandem-Massenspektrometer), LC/MS/MS (Flüssigkeitschromatograph mit Tandem-Massenspektrometer) oder LC/FLD (Flüssigkeitschromatograph mit Fluoreszenzdetektor).

### 2 Kurzbeschreibung

Die Messprobe wird in kleine Stück geschnitten, in ein Probenfläschchen überführt und in einem Ultraschall-Wasserbad mit Methanol behandelt. Der Extrakt wird filtriert und gesammelt. Anschließend wird der gesammelte Extrakt mit GC-MS/MS, LC/MS/MS oder LC/FLD analysiert.

### 3 Sicherheitsvorkehrungen

Die gesamte Handhabung und Entsorgung dieser Substanzen muss unter strikter Einhaltung der entsprechenden nationalen Gesundheits- und Sicherheitsvorschriften erfolgen.

Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, bei der Handhabung von Materialien in diesem Prüfverfahren sichere und ordnungsgemäße Techniken anzuwenden. Zu spezifischen Einzelheiten, wie z. B. Datenblätter zur Materialsicherheit (Sicherheitsdatenblätter) und andere Empfehlungen, sind die Hersteller zu befragen.

Gute Laborpraxis sollte beachtet werden. In allen Laborbereichen ist eine Schutzbrille zu tragen.

Anwender sollten alle nationalen und lokalen Sicherheitsvorschriften einhalten.

### 4 Reagenzien

Sofern nicht anders festgelegt, müssen analysenreine Chemikalien verwendet werden.

**4.1 4-n-Octylphenol** ( $C_{14}H_{22}O$ ), CAS-Nr. 1806-26-4

**4.2 4-tert-Octylphenol** ( $C_{14}H_{22}O$ ), CAS-Nr. 140-66-9

**4.3 4-n-Nonylphenol** ( $C_{15}H_{24}O$ ), CAS-Nr. 104-40-5

**4.4 4-Nonylphenol** ( $C_{15}H_{24}O$ ), CAS-Nr. 84852-15-3

**4.5 Methanol** ( $CH_3OH$ , Reinheitsgrad für HPLC)

**4.6 Aceton** ( $C_3H_6O$ )

**4.7 Acetonitril** ( $CH_3CN$ , Reinheitsgrad für HPLC)

**4.8 Wasser** (Reinheitsgrad für HPLC)

### 5 Prüfeinrichtung

Sämtliche Glasgeräte werden vor dem Gebrauch durch Spülen mit Aceton (4.6) gereinigt.



## 5.1 Geräte und Hilfsmittel für die Probenvorbereitung

### 5.1.1 Übliche Laborausrüstung und

5.1.2 Analysenwaage mit einer Auflösung von 0,01 g (für die Vorbereitung der Messprobe)

5.1.3 Analysenwaage mit einer Auflösung von 0,001 g (für die Herstellung des Standards)

5.1.4 40-ml-Glasfläschchen mit Schraubkappe (für die Vorbehandlung der Proben)

5.1.5 Ultraschall-Wasserbad [auf  $(70 \pm 5)$  °C einzustellen]

5.1.6 Spritze und Membranfilter (mit einer Porenweite von 0,45 µm oder weniger) für den einmaligen Gebrauch

5.1.7 Glasfläschchen mit Septumkappe (für das chromatographische Gerät)

## 5.2 Chromatographische Ausrüstung

5.2.1 Gaschromatograph mit Tandem-Massenspektrometer (GC-MS/MS) oder

5.2.2 Flüssigkeitschromatograph mit Tandem-Massenspektrometer (LC/MS/MS) oder

5.2.3 Flüssigkeitschromatograph mit Fluoreszenzdetektor (LC/FLD)

5.2.4 Kapillarsäule für den Gaschromatographen

(5 %-Phenyl)-Methylpolysiloxan-Phase, unpolar, gebunden und quervernetzt, geringes Bluten

5.2.5 C18-Umkehrphasensäule für den Flüssigkeitschromatographen

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9f533e49-c4a2-4d40-ba4a-dff6428d0f73/sist-en-iso-21084-2019>

## 6 Durchführung

### 6.1 Herstellung des Standards

Octylphenole und Nonylphenole werden mit einer Analysenwaage (5.1.3) genau eingewogen und mit Methanol (4.5) gelöst; die erhaltene Stammlösung enthält 1 000 mg/l. Die empfohlenen Aufbewahrungsbedingungen der Lösung sind die Aufbewahrung im Dunkeln und bei weniger als 4 °C.

### 6.2 Probenvorbereitung

Die Messprobe wird in Stücke von 5 mm × 5 mm geschnitten und die Stücke werden homogen gemischt. 1 g Messprobe wird mit einer Analysenwaage (5.1.2) auf 0,01 g gewogen und zur Extraktion in das 40-ml Glasfläschchen (5.1.4) gegeben.

### 6.3 Probenextraktion

10 ml Methanol (4.5) werden zu dem Probenfläschchen (6.3) hinzugefügt und anschließend wird die Ultraschallextraktion im Ultraschall-Wasserbad (5.1.5) bei 70 °C für 60 min durchgeführt. Anschließend wird der Extrakt auf Raumtemperatur abgekühlt, (1 ~ 2) ml des Extrakts werden mit einer mit einem Membranfilter ausgestatteten Spritze für den einmaligen Gebrauch (5.1.6) in ein Probenfläschchen (5.1.7) filtriert. Das Probenfläschchen wird unverzüglich für die weitere Analyse mit einer Kappe verschlossen.

Im Allgemeinen werden Proben ohne Einengung untersucht, die instrumentelle Ausstattung der Laboratorien kann jedoch variieren und das Verfahren zur Einengung des Extrakts ist für eine geringere Nachweisgrenze anwendbar.

**prEN ISO 21084:2018 (D)**

ANMERKUNG Wenn die Probe nicht ausreichend im Extraktionslösemittel eingetaucht ist, wird mehr Methanol hinzugefügt und das endgültige Volumen für die in 7.3 beschriebene Berechnung von jeder AP-Menge aufgezeichnet.

**6.4 Probenanalyse**

Die qualitative und quantitative Analyse von Alkylphenolen wird unter Anwendung von GC-MS/MS, LC/MS/MS oder LC/FLD durchgeführt.

Leitlinien für geeignete chromatographische Bedingungen sind für GC-MS/MS in Anhang A und für LC/MS/MS und LC/FLD in Anhang B angeführt.

**7 Berechnung und Kalibrierung****7.1 Kalibrierkurve**

Es wird eine Kalibrierkurve des Responses in Abhängigkeit von der bekannten Konzentration des Standards erstellt. Aus der Kalibrierkurve wird die Konzentration der AP (Alkylphenole, Octylphenole und Nonylphenole) in µg/ml ( $C_S$ ) bestimmt.

ANMERKUNG Die Konzentrationsbereiche für die Kalibrierstandards unterliegen einer durch die Anforderungen des jeweiligen Laboratoriums und der angewendeten Ausrüstung bedingten Änderung.

Für die quantitative Bestimmung muss die Kalibrierkurve einen Korrelationskoeffizienten größer als 0,990 ( $R^2$  größer als 0,995) aufweisen.

**7.2 Externe Kalibrierung**

$$C_S = \frac{A_S}{A_C} \times C_C \quad (1)$$

Dabei ist <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9f533e49-c4a2-4d40-ba4a-dff6428d0f73/sist-en-iso-21084-2019>

$C_S$  die Konzentration von jedem AP in der Probenextraktlösung, in mg/l;

$C_C$  die Konzentration von jedem AP in der Kalibrierlösung, in mg/l;

$A_S$  der Response in Form der Fläche von jedem AP in der Probenextraktlösung;

$A_C$  der Response in Form der Fläche von jedem AP in der Kalibrierlösung.

**7.3 Berechnung von jedem AP in der Probe**

Der AP-Gehalt wird nach der folgenden Gleichung als Massenanteil  $X_i$  in mg/kg der Messprobe berechnet.

$$X_i = \frac{C_S \times V \times DF}{M} \quad (2)$$

Dabei ist

$X_i$  die Konzentration von jedem AP in der Probe, in mg/kg;

$C_S$  die Konzentration von jedem AP, berechnet nach Gleichung (1), in mg/l;

$V$  das endgültige Volumen der Extraktlösung, in ml;

$M$  die Masse der Messprobe, in g;

$DF$  der Verdünnungsfaktor.

## 8 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss die folgenden Angaben enthalten:

- a) eine Verweisung auf diese Internationale Norm;
- b) die Identifikation der Probe und das Datum der Analyse;
- c) Nachweisverfahren und Verfahren der quantitativen Bestimmung;
- d) das Ergebnis von jedem AP (Nonylphenole und Octylphenole werden im Bericht einzeln angegeben);
- e) Einzelheiten zu jeder Abweichung von dem festgelegten Verfahren und alle Umstände, die möglicherweise die Ergebnisse beeinflusst haben.

SIST EN ISO 21084:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9f533e49-c4a2-4d40-ba4a-dff6428d0f73/sist-en-iso-21084-2019>