SLOVENSKI STANDARD
oSIST prEN ISO 18254-2:2018

01-junij-2018

Tekstilije - Metoda za odkrivanje in določevanje alkilfenoletoksilatov (APEO) - 2. del: Metoda z uporabo NPLC (ISO/DIS 18254-2:2018)

Textiles - Method for the detection and determination of alkylphenol ethoxylates (APEO) - Part 2: Method using NPLC (ISO/DIS 18254-2:2018)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Textilien - Verfahren zum Nachweis und zur Bestimmung von Alkylphenolethoxylaten (APEO) - Teil 2: Verfahren unter Verwendung von NPLC (ISO/DIS 18254-2:2018)

Textiles - Méthode de détection et de détermination des alkylphénols éthoxylés (APEO) - Partie 2: Méthode utilisant la CLPN (ISO/DIS 18254-2:2018)

SIST EN ISO 18254-2:2019
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abe77e1d-e6dd-4a19-aecc-e5055acc0924/sist-en-iso-18254-2-2019

Ta slovenski standard je istoveten z: **prEN ISO 18254-2**

ICS:

59.080.01	Tekstilije na splošno	Textiles in general

oSIST prEN ISO 18254-2:2018 **de**

2003-01.Slovenski inštitut za standardizacijo. Razmnoževanje celote ali delov tega standarda ni dovoljeno.

oSIST prEN ISO 18254-2:2018

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

SIST EN ISO 18254-2:2019
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a8c77c1d-e6dd-4a19-aecc-e5055acc0924/sist-en-iso-18254-2-2019

oSIST prEN ISO 18254-2:2018

EUROPÄISCHE NORM

EUROPEAN STANDARD

NORME EUROPÉENNE

ENTWURF
prEN ISO 18254-2

April 2018

ICS 59.080.01

Deutsche Fassung

Textilien - Verfahren zum Nachweis und zur Bestimmung von Alkylphenolethoxylaten (APEO) - Teil 2: Verfahren unter Verwendung von NPLC (ISO/DIS 18254-2:2018)

Textiles - Method for the detection and determination of alkylphenol ethoxylates (APEO) - Part 2: Method using NPLC (ISO/DIS 18254-2:2018)

Textiles - Méthode de détection et de détermination des alkylphénols éthoxylés (APEO) - Partie 2: Méthode utilisant la CLPN (ISO/DIS 18254-2:2018)

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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.

SIST EN ISO 18254-2:2019

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

© 2018 CEN Alle Rechte der Verwertung, gleich in welcher Form und in welchem Verfahren, sind weltweit den nationalen Mitgliedern von CEN vorbehalten.

Ref. Nr. prEN ISO 18254-2:2018 D

oSIST prEN ISO 18254-2:2018

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort 4

Vorwort 5

Einleitung 6

1 Anwendungsbereich 7

2 Kurzbeschreibung 7

3 Reagenzien 7

4 Prüfeinrichtung 8
4.1 Geräte und Hilfsmittel für die Probenvorbereitung 8
4.2 Chromatographie-Gerät 8

5 Durchführung 8
5.1 Herstellung des Standards 8
5.2 Mobile Phase bei HPLC 9
5.2.1 Methanol mit 0,1 % Ameisensäure und 0,01 % Ammoniumformiat 9
5.2.2 Acetonitril mit 0,1 % Ameisensäure 9
5.3 Probenvorbereitung 9
5.4 Probenextraktion 9
5.5 Probenanalyse 9

6 Berechnung und Kalibrierung 9
6.1 Berechnung des prozentualen Anteils jedes APEO-Kongeners in der Standardlösung 9
6.2 Berechnung der Konzentration jedes APEO-Kongeners in der Standardlösung 10
6.3 Berechnung der Konzentration jedes APEO-Kongeners in der Probe 10
6.4 Berechnung der Gesamtkonzentration aller APEO-Kongenere in der Probe 10
6.5 Kalibrierkurve 10

7 Prüfbericht 11

Anhang A (informativ) Beispiele für Chromatographiebedingungen 12
A.1 Vorbemerkung 12
A.2 Chromatographiebedingungen 12
A.2.1 Bedingungen für die Normalphasenflüssigkeitschromatographie 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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
SIST EN ISO 18254-2:2019
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bacce-
e405-aacf-bf8a-ecen-iso-18254-2-2019

oSIST prEN ISO 18254-2:2018

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
SIST EN ISO 18254-2:2019
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a8c77c1d-e6dd-4a19-aecc-e5055acc0924/sist-en-iso-18254-2-2019

oSIST prEN ISO 18254-2:2018

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 18254-2:2018) 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 18254-2:2018 wurde von CEN als prEN ISO 18254-2:2018 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
SIST EN ISO 18254-2:2019
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a8c77c1d-e6dd-4a19-aecc-e5055acc0924/sist-en-iso-18254-2-2019

oSIST prEN ISO 18254-2:2018

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise 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 staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Themen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) 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. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe 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 erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

iTeh STANDARD PREVIEW

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

(standards.iteh.ai)

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

SIST EN ISO 18254-2:2019
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a8e77e1d-e6dd-4a19-aece-e5055acc0924/sist-en-iso-18254-2-2019

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

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

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

— xxx xxxxxxx xxx xxxx

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO ##### kann auf der ISO-Internetseite abgerufen werden.

oSIST prEN ISO 18254-2:2018

Einleitung

Diese Norm legt das Normalphasenflüssigchromatographie-Trennverfahren (NPLC, en: Normal Phase Liquid Chromatography) zur quantitativen und qualitativen Analyse extrahierbarer Alkylphenolethoxylate (APEO) in Textilien und textilähnlichen Produkten fest. Das NPLC-Trennverfahren ermöglicht die Analyse von Alkylphenolethoxylaten mittels Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC, en: High Performance Liquid Chromatograph) mit Massenspektrometer (MS, en: Mass Spectrometer), Fluoreszenzdetektor (FLD, en: Fluorescence Detector), geladenem Aerosoldetektor (CAD, en: Charged Aerosol Detector) und Verdampfungs-Lichtstreudetektor (ELSD, en: Evaporative Light Scattering Detector).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
SIST EN ISO 18254-2:2019
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a8c77c1d-e6dd-4a19-aecc-e5055acc0924/sist-en-iso-18254-2-2019

oSIST prEN ISO 18254-2:2018

WARNUNG — Die Verwendung und Entsorgung dieser Substanzen muss unter strikter Einhaltung der entsprechenden nationalen Arbeitsschutzbestimmungen erfolgen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, sichere und geeignete Techniken bei der Handhabung der Materialien in diesem Prüfverfahren anzuwenden. Bezüglich bestimmter Einzelheiten wie Materialsicherheit, Sicherheitsdatenblättern und sonstigen Empfehlungen sind die Hersteller zu konsultieren. Die gute Laborpraxis sollte eingehalten werden. In sämtlichen Laborbereichen müssen Schutzbrillen getragen werden.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 18254 legt das NPLC-Trennverfahren zur qualitativen und quantitativen Analyse von extrahierbaren Alkylphenolethoxylaten (APEO) in textilen Erzeugnissen fest.

Dieses Verfahren bietet verschiedene Geräteoptionen zur Bestimmung von extrahierbaren Alkylphenolethoxylaten (APEO), z. B. NP-LC/MS (Normalphasenflüssigkeitschromatograph mit Massenspektrometer), NP-LC/FLD (Normalphasenflüssigkeitschromatograph mit Fluoreszenzdetektor), NP-LC/CAD (Normalphasenflüssigkeitschromatograph mit geladenem Aerosoldetektor) und NP-LC/ELSD (Normalphasenflüssigkeitschromatograph mit Verdampfungs-Lichtstreudetektor).

2 Kurzbeschreibung

Die Messprobe wird in kleine Stücke geschnitten, in ein Probenröhrchen überführt und mit Methanol im Ultraschallbad extrahiert. Der Extrakt wird filtriert und gesammelt. Der gesammelte Extrakt wird anschließend mittels NP-LC/MS, NP-LC/FLD, NP-LC/CAD oder NP-LC/ELSD analysiert.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

3 Reagenzien

Sofern nicht anders festgelegt, sind Chemikalien anerkannter analytischer Reinheit zu verwenden.

3.1 Octylphenolethoxylate (Triton®[1] X-100), (OPEOs) CAS-Nr. 9002-93-1, Sigma Aldrich® Teilnummer T9284 (siehe 3.2, Anmerkung).

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a8c77c1d-e6dd-4a19-aecc-e5055acc0924/sist-en-iso-18254-2-2019

3.2 Nonylphenolethoxylate (IGEPAL®[2] CO-630), (NPEOs) CAS-Nr. 68412-54-4, Sigma-Aldrich® Teilnummer 542334 (siehe Anmerkung).

ANMERKUNG Die in 3.1 und 3.2 genannten Markennamen werden angegeben, um die Vergleichbarkeit der Prüfergebnisse unter den Laboratorien zu verbessern. Die Verwendung einer anderen Charge oder eines anderen Lieferanten könnte zu unterschiedlichen Ergebnissen führen.

3.3 Methanol (CH_3OH, HPLC-Qualität).

3.4 Acetonitril (CH_3CN, HPLC-Qualität).

3.5 Aceton (C_3H_6O).

3.6 Ammoniumformiat (HCO_2NH_4, HPLC-Qualität).

3.7 Ameisensäure (HCOOH, HPLC-Qualität).

---

1) Triton® ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Dokuments und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produkts durch ISO.

2) IGEPAL® ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Dokuments und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produkts durch ISO.

oSIST prEN ISO 18254-2:2018

4 Prüfeinrichtung

Vor der Benutzung wird die Glasware durch Spülen mit Aceton (4.5) gereinigt. Beim Reinigen der Laborgeräte sind Reinigungsmittel zu vermeiden.

4.1 Geräte und Hilfsmittel für die Probenvorbereitung

4.1.1 Übliche Laborausrüstung.

4.1.2 Analysenwaage mit einer Auflösung von 0,01 g (zur Vorbereitung der Messprobe).

4.1.3 Analysenwaage mit einer Auflösung von 0,001 g (zur Vorbereitung des Standards).

4.1.4 40-ml-Glasbehälter mit Schraubverschluss (zur Probenvorbereitung).

4.1.5 Ultraschallbad (auf (70 ± 5) °C einstellbar).

4.1.6 Einwegspritze und Membranfilter (mit einer Porengröße von höchstens 0,45 µm).

4.1.7 Röhrchen aus Glas (mit Septumkappe für HPLC).

4.1.8 Festphasenextraktions-Kartuschen (SPE, en: Solid-Phase-Extraction) zur Reinigung (wahlfrei).

Die Kartusche enthält mindestens 200 mg Sorbens (Phasenumkehr oder Silica).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4.1.9 Vakuum-Manifold für die Festphasenextraktion (SPE) (wahlfrei).

4.2 Chromatographie-Gerät

SIST prEN ISO 18254-2:2018
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a8c77c1d-e6dd-4a19-aecc-

4.2.1 Hochleistungsflüssigchromatograph mit Massenspektrometer (LC/MS), oder

4.2.2 Hochleistungsflüssigchromatograph mit Fluoreszenzdetektor (LC/FLD), oder

4.2.3 Hochleistungsflüssigchromatograph mit aufgeladenem Aerosoldetektor (LC/CAD), oder

4.2.4 Hochleistungsflüssigchromatograph mit Verdampfungs-Lichtstreudetektor (LC/ELSD).

4.2.4.1 C18-Kurzsäule zur Trennung von OPEO und NPEO.

Maße: 4,6 mm × 50 mm, Partikelgröße: 1,7 µm, gleichwertige Säule ist erhältlich.

4.2.4.2 Normalphasensäule zur Trennung jedes APEO-Kongeners anhand der Anzahl der Ethoxylat-Gruppen).

Wasserstoffbrücken-Adsorptionssäule, Maße: 4,6 mm × 150 mm, Partikelgröße: 3 µm, gleichwertige Säule ist erhältlich.

5 Durchführung

5.1 Herstellung des Standards

OPEO und NPEO werden mit der Analysenwaage (4.1.3) genau gewogen und in Methanol (3.3) zu Stammlösungen mit 1 000 mg/l gelöst. Es wird empfohlen, die Lösung im Dunkeln bei einer Temperatur unter 4 °C aufzubewahren.

oSIST prEN ISO 18254-2:2018

5.2 Mobile Phase bei HPLC

5.2.1 Methanol mit 0,1 % Ameisensäure und 0,01 % Ammoniumformiat

0,1 g Ammoniumformiat (3.6) werden in 1 000 ml Methanol (3.3) gelöst und anschließend wird 1 ml Ameisensäure (3.7) hinzufügt.

5.2.2 Acetonitril mit 0,1 % Ameisensäure

1 000 ml Acetonitril (3.4) wird 1 ml Ameisensäure (3.7) hinzufügt.

5.3 Probenvorbereitung

Die Messprobe wird in Stücke von 5 mm × 5 mm geschnitten und die Stücke werden gleichmäßig gemischt. Etwa 1 g der Probe wird mit der Analysenwaage (4.1.2) auf 0,01 g gewogen und für die Extraktion in den 40-ml-Glasbehälter (4.1.4) gegeben.

5.4 Probenextraktion

In den Probenbehälter (5.3) werden 20 ml Methanol (3.3) gegeben und anschließend wird die Ultraschall-Extraktion im Ultraschallbad (4.1.5) bei 70 °C für 60 min durchgeführt. Der Extrakt ist danach auf Raumtemperatur abkühlen zu lassen, und mit der Einwegspritze mit Membranfilter (4.1.6) werden 1 ml bis 2 ml Extrakt in ein HPLC-Röhrchen (4.1.7) filtriert. Das HPLC-Röhrchen wird für die weitere Analyse sofort mit der Kappe verschlossen.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.5 Probenanalyse

Die qualitative und quantitative Analyse von APEO erfolgt mittels LC/MS, LC/FLD, LC/CAD oder LC/ELSD.

Für die Quantifizierung müssen Kongenere mit 2 bis 16 Ethoxylat-Gruppen verwendet werden.

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a8c77c1d-e6dd-4a19-aecc-

Wird das Ergebnis durch Matrix gestört, könnte ein zusätzliches Reinigungsverfahren mit der SPE-Kartusche angewendet werden; in Anhang C sind Beispiele für das SPE-Verfahren angegeben.

Leitfäden für geeignete Chromatographiebedingungen und Beispiele für Chromatogramme sind in Anhang A und Anhang B angegeben.

6 Berechnung und Kalibrierung

6.1 Berechnung des prozentualen Anteils jedes APEO-Kongeners in der Standardlösung

Es ist notwendig, das Zusammensetzungsverhältnis der APEO-Kongenere (von APEO 2 bis APEO 16) zu bestätigen, da die Zusammensetzung der Kongenere in der Standardmischung je nach Charge oder Marke des Standards variieren kann. Zur Berechnung der Zusammensetzung jedes Kongeners in der Standardmischung werden APEO-Reagenzien (3.1 und 3.2) verwendet. Von jedem Peak wird ein Chromatogramm erstellt und die Kongenere werden nach Anhang A identifiziert. Für jedes Kongener wird der prozentuale Anteil R nach Gleichung (1) berechnet.

$$R = \frac{A_{\mathrm{is}}}{A_{\mathrm{t}}} \times 100 \qquad (1)$$

Dabei ist

R der prozentuale Anteil jedes APEO-Kongeners in der Standardlösung, in %;

A_{is} die Flächenantwort jedes APEO-Kongeners in der Standardlösung;

A_{t} die Gesamtsumme der APEO-Flächenantworten (von APEO 2 bis APEO 16) in der Standardlösung.