

Grenzflächenaktive Stoffe
**Bestimmung des Gesamtgehaltes an Polyethylenglycol
 von nichtionischen grenzflächenaktiven Stoffen
 (EO-Addukten) mit HPLC/GPC**
 Deutsche Fassung EN 12139 : 1999

DIN
EN 12139

ICS 71.100.40

Surface active agents – Determination of the total polyethylene glycol content
 of non-ionic surface active agents (EO adducts) by HPLC/GPC;
 German version EN 12139 : 1999

Agents de surface – Détermination de la teneur totale en polyéthylène glycol des
 agents de surface non ioniques (condensats OE) par CLHP/CPG;
 Version allemande EN 12139 : 1999

Die Europäische Norm EN 12139 : 1999 hat den Status einer Deutschen Norm.

Nationales Vorwort

Die Europäische Norm EN 12139 wurde vom CEN/TC 276 "Grenzflächenaktive Stoffe" (Sekretariat: AFNOR) erarbeitet. Für die deutsche Mitarbeit ist der Arbeitsausschuß NMP 562 "Analytik von Tensiden" im Normenausschuß Materialprüfung (NMP) verantwortlich.

Für die im Abschnitt 2 zitierten Internationalen Normen wird im folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 607 siehe DIN ISO 607
 ISO 3696 siehe DIN ISO 3696

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 607

Tenside und Waschmittel – Verfahren zur Probenteilung; Identisch mit ISO 607, Ausgabe 1980

DIN ISO 3696

Wasser für analytische Zwecke – Anforderungen und Prüfungen; Identisch mit ISO 3696 : 1987

Fortsetzung 12 Seiten EN

Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

– Leerseite –

ICS 71.100.40

Deskriptoren: grenzflächenaktiver Stoff, nichtionenaktiver Stoff, chemische Analyse, Gehaltsbestimmung, Polyethylen, Glycol, Kondensat, Chromatographie, HPLC

Deutsche Fassung

Grenzflächenaktive Stoffe

Bestimmung des Gesamtgehaltes an Polyethylenglycol von nichtionischen grenzflächenaktiven Stoffen (EO-Addukten) mit HPLC/GPC

Surface active agents – Determination of the
total polyethylene glycol content of non-ionic
surface active agents (EO adducts) by HPLC/GPC

Agents de surface – Détermination de la teneur
totale en polyéthylène glycol des agents de surface
non ioniques (condensats OE) par CLHP/CPG

Diese Europäische Norm wurde von CEN am 25. Januar 1999 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-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.

Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Zentralsekretariat oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

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

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, der Tschechischen Republik und dem Vereinigten Königreich.

CEN

EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG

European Committee for Standardization

Comité Européen de Normalisation

Zentralsekretariat: rue de Stassart 36, B-1050 Brüssel

Vorwort

Diese Europäische Norm wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 276 "Grenzflächenaktive Stoffe" erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Die Anhänge A, B, C und D sind informativ.

Diese Europäische Norm muß den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis August 1999, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis August 1999 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen:

Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, die Tschechische Republik und das Vereinigte Königreich.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt die Bestimmung des Gesamtgehaltes von Polyethylenglycol (*PEG*) von aromatischen und aliphatischen nichtionischen grenzflächenaktiven Stoffen des Typs $R-(O-C_2H_4)_p-OH$ fest, wobei p die mittlere Anzahl von Ethylenoxid-(EO-)Gruppen darstellt. Sie ist anwendbar auf Massenanteile *PEG* in der Probe größer etwa 0,1 g/100 g.

Das Verfahren ist anwendbar auf Produkte, die bis zu 25 Ethylenoxid-Gruppen enthalten und die in einer Mischung von Methanol/Wasser mit einem Volumenverhältnis von 80/20 löslich sind. Langkettige Produkte mit einem niedrigen Ethoxylierungsgrad, z. B. Talgalkohol¹⁾ $\times 5$ EO, sind nicht löslich und bedürfen einer geänderten Vorbehandlung.

2 Normative Verweisungen

Diese Europäische Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Europäischen Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation.

EN ISO 3696

Water for analytical laboratory use – Specification and test methods

ISO 607 : 1980

Surface active agents and detergents – Methods of sample division

ISO 6353-2 : 1983

Reagents for chemical analyses – Part 2: Specifications – First series

ISO 6353-3 : 1987

Reagents for chemical analyses – Part 3: Specifications – Second series

3 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Polyethylenglycol wird flüssigchromatographisch mit Hilfe einer Umkehrphase (Reverse-Phase) von seinen Monoalkylethern abgetrennt. Die Verwendung einer zusätzlichen Gel-Chromatographie-Säule (GPC) ermöglicht die Bestimmung der Verteilung der Molekülmasse des Polyethylenglycols im grenzflächenaktiven Rohstoff durch Vergleich mit *PEG*-Kalibrierstandards.

Geringe Mengen niederer Carbonsäuren, die häufig in industriellen Prozessen zur Neutralisierung des Ethoxylierungskatalysators verwendet werden und die Bestimmung stören, werden zusammen mit langkettigen Polyglycol-ethern mit Hilfe eines speziellen Kartuschenverfahrens entfernt. Dadurch werden potentielle Störfaktoren eliminiert und die Analysenzeiten verringert.

4 Reagenzien und Materialien

Wenn nicht anders angegeben, sind für die Durchführung nur Reagenzien nach ISO 6353-2 und ISO 6353-3 zu verwenden; falls diese dort nicht aufgeführt sind, sind Reagenzien von bekannter analytischer Reinheit einzusetzen.

4.1 Methanol, geeignet für HPLC.

4.2 Entionisiertes Wasser, gefiltert, nach EN ISO 3696, Reinheitsgrad 1.

4.3 Polyethylenglycol 800, geeignet für GPC.

4.4 Anionenaustauscher von analytischer Reinheit, 100 mesh bis 200 mesh, Chloridform, Gesamt-Nennvolumen 3,5 Milliäquivalente/Gramm trockenes Harz.

4.5 Reverse-Phase-C-18-Kieselgel, Rohmaterial, Partikeldurchmesser etwa 40 μm bis 60 μm .

4.6 Natriumhydroxid-Lösung, $c(NaOH) = 1 \text{ mol/l}$.

4.7 Salpetersäure, $c(HNO_3) = 1 \text{ mol/l}$.

¹⁾ CAS-Registriernummer 99561-04-03