

Grenzflächenaktive Stoffe
Bestimmung des Gehaltes von nichtionischen Substanzen
in anionischen grenzflächenaktiven Stoffen
mittels Hochleistungs-Flüssigchromatographie (HPLC)
Deutsche Fassung EN 13273:2001

DIN
EN 13273

ICS 71.100.40

Surface active agents –

Determination of the contents of non-ionic substances in anionic surface active agents by high performance liquid chromatograph (HPLC);

German version EN 13273:2001

Agents de surface –

Détermination de la teneur en substances non-ioniques dans les agents de surfaces anioniques par chromatographie liquide à haute performance (CLHP);

Version allemande EN 13273:2001

Die Europäische Norm EN 13273:2001 hat den Status einer Deutschen Norm.

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 276 „Grenzflächenaktive Stoffe“ (Sekretariat: AFNOR) unter intensiver deutscher Mitarbeit ausgearbeitet. 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:

EN ISO 3696 siehe DIN ISO 3696

ISO 607 siehe DIN ISO 607

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke – Anforderungen und Prüfungen; Identisch mit ISO 3696:1987.*

DIN ISO 607, *Tenside und Waschmittel – Verfahren zur Probenteilung; Identisch mit ISO 607.*

Fortsetzung 12 Seiten EN

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

– Leerseite –

Deutsche Fassung

Grenzflächenaktive Stoffe
Bestimmung des Gehaltes von nichtionischen Substanzen in
anionischen grenzflächenaktiven Stoffen
mittels Hochleistungs-Flüssigchromatographie (HPLC)

Surface active agents – Determination of the
contents of non-ionic substances in anionic surface
active agents by high performance liquid
chromatograph (HPLC)

Agents de surface – Détermination de la teneur en
substances non-ioniques dans les agents de
surfaces anioniques par chromatographie liquide à
haute performance (CLHP)

Diese Europäische Norm wurde von CEN am 20. Januar 2001 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 Management-Zentrum 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 Management-Zentrum 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.



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

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	2
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweisungen	3
3 Kurzbeschreibung des Verfahrens	3
4 Reagenzien	3
5 Geräte	3
6 Kalibrierung	4
7 Probenahme und Vorbereitung der Probe	5
8 Durchführung	5
9 Berechnung und Angabe der Ergebnisse	6
10 Präzision	6
11 Prüfbericht	6
Anhang A (informativ) Durchflusssdiagramm für das Rückspül-Ventil in Position 1 und Position 2	7
Anhang B (informativ) Beispiele für Chromatogramme	8
Anhang C (informativ) Ergebnisse des Ringversuches	12

Vorwort

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

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Oktober 2001, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Oktober 2001 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.

Die Anhänge A, B und C sind informativ.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung des Gehaltes an nichtionischen Substanzen in anionischen grenzflächenaktiven Stoffen (Sulfaten, Sulfonaten und Ethoxysulfaten) mittels Hochleistungs-Flüssigchromatographie (HPLC) fest.

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 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 (einschließlich Änderungen).

EN ISO 3696, *Wasser für analytische Laborzwecke – Spezifikation und Prüfverfahren (IS O3696:1987)*.

ISO 607, *Surface active agents and detergents – Methods of sample division*.

3 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Eine festgelegte Probenmenge wird gelöst und dann mit Methanol bis auf ein Standardvolumen aufgefüllt. Nur für Sulfonsäuren wird die Probe vor dem Lösen mit wässriger Natriumhydroxid-Lösung neutralisiert. Die Lösung wird dann mittels Umkehrphasen-Hochleistungs-Flüssigchromatographie (RP-HPLC) analysiert. Es werden eine radial gepackte Octadecylsilan gebundene stationäre Phase, ein Methanol-Wasser-Gemisch als mobile Phase, ein Differentialrefraktometer als Detektor und eine Quantifizierungsmethode mit externem Standard eingesetzt. Eine Rückspül(en: back flush)-Technik wird zur „Fokussierung“ der nichtionischen Komponenten eingesetzt, nachdem alle Aktivsubstanzen und Wasser von der Säule eluiert sind.

4 Reagenzien

Zur Analyse sind nur Reagenzien bekannter analytischer Reinheit und Wasser der Qualität 3 nach EN ISO 3696 zu verwenden.

4.1 Methanol, CH_4O , HPLC-Reinheit.

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

4.3 Phenolphthalein-Indikatorlösung, alkoholisch $\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4$, $w(\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4) = 0,1 \text{ g/100 g}$.

4.4 Kalibriersubstanzen, auf Basis des Ausgangsrohstoffes, aus dem der grenzflächenaktive Stoff hergestellt wurde, z. B.:

- das als Ausgangsrohstoff eingesetzte lineare Alkylbenzol (LAB) bei Alkylbenzolsulfonaten;
- die als Ausgangsrohstoff eingesetzten Alkohole für die Herstellung von Alkoholsulfaten;
- die als Ausgangsrohstoff eingesetzten Alkoholethoxylate für die Herstellung von Alkoholethoxysulfaten.

5 Geräte

Übliches Laborgerät und die folgenden Geräte.

5.1 Hochleistungs-Flüssigchromatograph, geeignet für die in 6.3 gegebenen Bedingungen.

5.2 Datenregistrier- und Datenauswertungs-System, zur Bestimmung der chromatographischen Peakflächen.

5.3 Bürette, Nennvolumen 10 ml, mit Polytetrafluorethylen(PTFE)-Hahn, der nicht mit Hahnfett geschmiert ist.

5.4 Spritze, Nennvolumen 1 ml, mit „Luer“-Anschluss.

5.5 Nadel, mit zum Proben-Injektionsventil passendem „Luer“-Anschluss oder mit automatischem Injektor.

5.6 Spritzenfilter oder -membrane, geeignet für die Verwendung mit Methanol, $0,45 \mu\text{m}$, mit „Luer“-Anschluss.