

	Grenzflächenaktive Stoffe Bestimmung des Gehaltes von Dialkyltetralin in linearem Alkylbenzol mittels Hochleistungs-Flüssigchromatographie (HPLC) Deutsche Fassung EN 13405:2002	DIN EN 13405
--	---	------------------------

ICS 71.100.40

Surface active agents —

Determination of dialkyl-tetralins content in linear alkylbenzene by high performance liquid chromatography (HPLC);
German version EN 13405:2002

Agents de surface —

Détermination de la teneur en dialkyltétralines dans les alkylbenzènes linéaires par chromatographie liquide à haute performance (CLHP);
Version allemande EN 13405:2002

Die Europäische Norm EN 13405:2002 hat den Status einer Deutschen Norm.

Nationales Vorwort

Die Europäische Norm wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 276 „Grenzflächenaktive Stoffe“ (Sekretariat: AFNOR, Frankreich) 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 zitierte Internationale Norm wird im Folgenden auf die entsprechende Deutsche Norm hingewiesen:

EN ISO 3696 siehe DIN ISO 3696

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweis

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696:1987)*.

Fortsetzung 16 Seiten EN

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

— Leerseite —

Deutsche Fassung

Grenzflächenaktive Stoffe — Bestimmung des Gehaltes von Dialkyltetralin in linearem Alkylbenzol mittels Hochleistungs- Flüssigchromatographie (HPLC)

Surface active agents - Determination of dialkyl-tetralins
content in linear alkylbenzene by high performance liquid
chromatography (HPLC)

Agents de surface - Détermination de la teneur en
dialkyltétralines dans les alkylbenzènes linéaires par
chromatographie liquide à haute performance (CLHP)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 23. Oktober 2002 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, Malta, 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.....	4
6 Durchführung	4
7 Berechnung	6
8 Präzision	6
9 Prüfbericht.....	7
Anhang A (informativ) Bestimmungsverfahren für die Alkylkettenverteilung der LAB-Probe (UOP-Verfahren 673-88)	10
Literaturhinweise	16

Vorwort

Dieses Dokument (EN 13405:2002) wurde vom Technischen Komitee CEN /TC 276 „Grenzflächenaktive Stoffe“, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird, erarbeitet.

Dieses Europäische Dokument muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Juni 2003, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Juni 2003 zurückgezogen werden.

Anhang A ist informativ.

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, Malta, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, die Tschechische Republik und das Vereinigte Königreich.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung von Dialkyltetralin (DAT) als 1,4-Dialkyl-2,3-dihydronaphthalin in linearem Alkylbenzol (LAB) im Bereich von 0,5 % bis 10 % Massenanteile 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 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 (einschließlich Änderungen).

EN ISO 3696:1995, *Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696:1987)*.

3 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die Probe wird durch isokratische Hochleistungs-Flüssigchromatographie (HPLC) unter Verwendung von Kieselgel als stationäre Phase, 2,2,4-Methylpentan als mobile Phase und UV-Detektion bei 254 nm analysiert. Die Quantifizierung erfolgt durch eine „modifizierte“ externe Standardtechnik. Da reines Standard-Dialkyltetralin (DAT) nicht erhältlich ist, wird angenommen, dass die molare Empfindlichkeit von DAT die gleiche ist wie die des handelsüblich verfügbaren Tetrahydronaphthalin (THN), das als externer Standard verwendet wird.

4 Reagenzien

Zur Analyse sind, sofern nicht anders festgelegt, nur Reagenzien bekannter analytischer Reinheit, die zuvor darauf hin überprüft worden sind, dass sie nicht die analytischen Ergebnisse verfälschen, zu verwenden.

4.1 Wasser, nach EN ISO 3696:1995, Qualität 3.

4.2 2,2,4-Trimethylpentan (iso-Octan), C_8H_{18} , HPLC-Reinheit, Massenanteil an Wasser kleiner als 100 mg/kg.

ANMERKUNG Bei der Verwendung von iso-Octan ist Vorsicht geboten, da es leicht entzündbar ist.

4.3 Tetrahydronaphthalin (THN), $C_{10}H_{12}$, Reinheit von mindestens 96 % (Bestimmung durch Gaschromatographie nach Peakflächen-Standardtechnik).

ANMERKUNG Bei der Verwendung von Tetrahydronaphthalin ist Vorsicht geboten, da es Augen und Haut reizen kann.

4.4 Hexan, C_6H_{14}

4.5 Toluol, C_7H_8 .

5 Geräte

Übliche Labor- und Glasgeräte und die folgenden:

5.1 Hochleistungs-Flüssigchromatograph, der für Analysen mit der in Tabelle 1 gegebenen Betriebsparameter geeignet ist.

5.2 Chromatographie-Säule, Normalphase, 250 mm Länge, 4 mm innerer Durchmesser, gefüllt mit Kieselgel.

5.3 Geeignete Geräte, zur Peakflächenauswertung, z. B. Integrator oder Computer.

5.4 Einwegfilter, 0,5 µm Porendurchmesser.

6 Durchführung

6.1 Vorbereitende Prüfung

Die Säulenlänge (1 Säule oder 2 Säulen in Reihe) und die Durchflussrate müssen so gewählt werden, dass die Effizienz und die Auflösung optimal sind (siehe Tabelle 2 für Säulendetails). Eine Möglichkeit, dieses zu überprüfen, besteht darin, ein HPLC-Chromatogramm einer Standardlösung aufzunehmen, die etwa 100 mg Toluol (4.5) und 10 mg Tetrahydronaphthalin (4.3) (THN) in 100 ml Hexan (4.4) enthält. Ein Beispiel eines Chromatogramms ist in Bild 1 gezeigt.

Die Säulen dürfen nicht mit polarem Lösemittel gewaschen werden, da sonst der ursprüngliche Trennfaktor nicht mehr erreicht wird.

Aus diesem Chromatogramm sind die Nettoretentionszeit (t') und der Retentionsfaktor (k') von THN und Toluol zu bestimmen und der relative Trennfaktor (α) zu berechnen.

ANMERKUNG Typische Werte für zwei Lichrosorb Si-60-Säulen und eine Durchflussrate von 1 ml/min sind in Tabelle 1 aufgeführt.

Tabelle 1 — Nettoretentionszeit und Retentionsfaktor für Toluol und THN für zwei Lichrosorb Si-60-Säulen und einer Durchflussrate von 1 ml/min

Reagenz	Nettoretentionszeit (min) $t' = t - t_0$	Retentionsfaktor $k' = \frac{t - t_0}{t_0}$
Toluol	4,8	0,94
THN	6,3	1,24
ANMERKUNG t_0 ist die Durchflusszeit. Ein typischer t_0 -Wert für n-Hexan ist 5,1 min.		

Der berechnete Trennfaktor, $\alpha = \frac{k'_2}{k'_1}$, ist:

$$\alpha = \frac{k'_{\text{THN}}}{k'_{\text{Toluol}}} = 1,32$$

Für eine reproduzierbare und richtige DAT-Analyse in LAB-Proben müssen die HPLC-Bedingungen so gewählt werden, dass α gleich oder größer als 1,20 ist.