

DIN EN 18079



ICS 79.060.01

Einsprüche bis 2024-06-05

Entwurf**Holzwerkstoffe –
Bestimmung von Melamin durch Extraktion und
Hochleistungschromatographie (HPLC) mit Ultraviolett-Detektion;
Deutsche und Englische Fassung prEN 18079:2024**

Wood-based panels –

Determination of melamine applying extraction and high-performance
chromatography (HPLC) with ultraviolet detection;
German and English version prEN 18079:2024

Panneaux à base de bois –

Détermination de la mélamine par extraction et chromatographie haute performance (HPLC)
avec détection ultraviolette;
Version allemande et anglaise prEN 18079:2024**Anwendungswarnvermerk**

Dieser Entwurf mit Erscheinungsdatum 2024-04-05 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil das beabsichtigte Dokument von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nhm@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Holzwirtschaft und Möbel (NHM), 10772 Berlin oder Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Es wird gebeten, mit den Kommentaren zu diesem Entwurf jegliche relevanten Patentrechte, die bekannt sind, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 30 Seiten

DIN-Normenausschuss Holzwirtschaft und Möbel (NHM)

Nationales Vorwort

Das Dokument (prEN 18079:2024) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 112 „Holzwerkstoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 042-02-15 AA „Holzwerkstoffe — Spiegelausschuss zu CEN/TC 112 und ISO/TC 89“ im DIN-Normenausschuss Holzwirtschaft und Möbel (NHM).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

April 2024

prEN 18079

Holzwerkstoffe – Bestimmung von Melamin durch Extraktion und Hochleistungschromatographie (HPLC) mit Ultraviolett-Detektion

Wood-based panels – Determination of melamine applying extraction and high-performance chromatography (HPLC) with ultraviolet detection

Panneaux à base de bois – Détermination de la mélamine par extraction et chromatographie haute performance (HPLC) avec détection ultraviolette

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	5
5 Reagenzien	5
6 Prüfeinrichtung	6
7 Probenahme	6
7.1 Allgemeines	6
7.2 Probenvorbereitung	6
7.3 Extraktion	6
7.3.1 Allgemeines Verfahren für festes Probenmaterial	6
7.3.2 Allgemeines Verfahren für flüssiges Probenmaterial	7
7.3.3 Extraktverdünnung bei geringem Melamingehalt	7
7.3.4 Extraktverdünnung bei hohem Melamingehalt	7
8 Durchführung	7
8.1 HPLC-Analyse	7
8.1.1 Allgemeines	7
8.1.2 Eluentvorbereitung	7
8.1.3 HPLC-Parameter	7
8.1.4 Kalibrierung	8
8.1.5 Messung und Berechnung	8
8.1.6 Nachweisgrenzen	9
8.1.7 Qualitätssicherung	9
8.1.8 Wartung	9
9 Prüfbericht	10
Anhang A (informativ) Beispiel für HPLC-Parameter	11
Anhang B (informativ) Beispiel für eine Schätzung der Nachweisgrenzen	13
Literaturhinweise	14

Bilder

Bild 1 — Struktur von Melamin (CAS: 108-78-1), molare Masse 126,12 g/mol	4
Bild A.1 — Beispiel für eine Kalibrierkurve (10 Punkte) von 0,1 µg/ml bis 10 µg/ml	11
Bild A.2 — Chromatogramme eines Kalibrierstandards (10 µg/ml, a) und einer melaminbeschichteten Spanplatte (b), bestimmt bei 240 nm. RT — Retentionszeit	12

Tabellen

Tabelle 1 — Vorbereitung von Kalibrierpunkten ausgehend von einer Stammlösung (SL, 1 mg/ml)	8
Tabelle B.1 — Schätzung der Nachweisgrenze	13

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 18079:2024) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 112 „Holzwerkstoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wurde im Rahmen eines Normungsauftrages erarbeitet, den die Europäische Kommission CEN erteilt hat. Der Ständige Ausschuss der EFTA-Staaten genehmigt anschließend diese Aufträge für die Mitgliedsstaaten.

Einleitung

Als Bestandteil von Klebstoffen (Melamin-Harnstoff-Formaldehyd-Harze, MUF, en: melamine-urea-formaldehyde resin) und Tränkharnzen (Melamin-Formaldehyd-Harze, MF) ist Melamin enthalten in Holzprodukten sowie Produkten mit einer dekorativen Verschleißschicht. Vollständig ausgehärtete Produkte enthalten hauptsächlich chemisch gebundenes Melamin, was das Vorhandensein von freiem Melamin unwahrscheinlich macht.

Melamin (2,4,6-Triamino-1,3,5-Triazin) ist ein heterozyklischer, aromatischer Stoff (CAS 108-78-1), siehe Bild 1. Bei Raumtemperatur ist der Stoff weiß und fest, sein Schmelzpunkt liegt bei 280 °C. Bei höheren Temperaturen zersetzt er sich. Melamin ist in kaltem Wasser schwer löslich. In heißem Wasser löst sich Melamin deutlich besser. Dimethylsulfoxid (DMSO) ist ein inertes Lösemittel, das sich zur Mengenbestimmung von Melamin eignet.

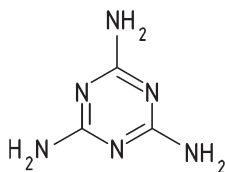


Bild 1 — Struktur von Melamin (CAS: 108-78-1), molare Masse 126,12 g/mol

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt die Bestimmung von freiem Melamin in beschichteten und unbeschichteten Holzwerkstoffen fest.

ANMERKUNG 1 Es ist auch für andere Holzprodukte, andere feste Produkte, z. B. Imprägnate oder Dekorpapiere, sowie flüssige Produkte (z. B. Klebstoffe) anwendbar.

Die Bestimmung von Melamin erfolgt durch Extraktion in Dimethylsulfoxid (DMSO) und anschließender Hochleistungschromatographie-Analyse (HPLC-Analyse, en: high-performance chromatography analysis) und Ultraviolett-detektion (UV-Detektion).

ANMERKUNG 2 Zur Bestimmung von Melamin in Lebensmitteln ist EN 16858 anwendbar. Zur Bestimmung von Melamin in Futtermitteln ist EN 17212 anwendbar. Zur Bestimmung von Melamin in Textilien ist EN ISO 1833-26 anwendbar.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

EN 322, *Holzwerkstoffe — Bestimmung des Feuchtegehaltes*

EN 326-1, *Holzwerkstoffe — Probenahme, Zuschnitt und Überwachung — Teil 1: Probenahme und Zuschnitt der Prüfkörper sowie Angabe der Prüfergebnisse*

3 Begriffe

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

4 Kurzbeschreibung

Eine Probe eines Holzwerkstoffproduktes wird gemahlen und einer Extraktion mit Dimethylsulfoxid (DMSO) unterzogen. Nach dem Hinzufügen von Acetonitril wird der Gehalt an freiem Melamin in der Lösung durch HPLC-Analyse und UV-Detektion bestimmt.

5 Reagenzien

5.1 Dimethylsulfoxid (DMSO) in Analysequalität.

5.2 Wasser (deionisiert).

5.3 Acetonitril (AcN) in Analysequalität.

5.4 Ammoniumacetat in Analysequalität.

5.5 Melamin in Analysequalität.

6 Prüfeinrichtung

- 6.1 Kryomühle (empfohlen).
- 6.2 Trockenofen zur Bestimmung des Trockengehaltes.
- 6.3 HPLC-Gerät mit Säulenofen und Diodenarraydetektor (DAD).
- 6.4 Laborschüttler.
- 6.5 Flaschen mit Schraubverschluss, 20 ml.
- 6.6 HPLC-Fläschchen, 2 ml.
- 6.7 Einmalfilter (PTFE, 0,2 µm), Einmalspritze.

7 Probenahme

7.1 Allgemeines

Es wird eine repräsentative Probe des zu prüfenden Holzwerkstoffproduktes genommen. Aus dieser Probe muss ein Satz von 5 Prüfkörpern zugeschnitten werden, die für die weitere Bestimmung verwendet werden. Der Zuschnitt der Prüfkörper muss nach EN 326-1 erfolgen. Die Probe und die Prüfkörper müssen in staubfreien und feuchteundurchlässigen Behältern oder Tüten (Aluminium oder PE) gelagert werden.

ANMERKUNG Andere feste Produkte (Holzprodukte, Dekorpapiere, Imprägnate, Stäube, Lamine) sowie flüssige Produkte (Harze) können ebenfalls einer Probenahme und Untersuchung unterzogen werden.

Die Probenvorbereitung wird an den erwarteten Gehalt an freiem Melamin im Probenmaterial angepasst. Ein hoher Gehalt an freiem Melamin ist nur in Harzen und nicht vollständig ausgehärteten Proben zu erwarten. Die Extrakte werden verdünnt, um die HPLC-Säule zu schonen. DMSO löst nicht nur Melamin, sondern auch Harzbestandteile, die in nicht vollständig ausgehärteten Proben enthalten sind. Diese Bestandteile müssen vor der HPLC-Analyse abgetrennt werden. Zu diesem Zweck wird Acetonitril hinzugefügt, das zur Ausfällung dieser Harzbestandteile führt.

In DMSO lösbares freies Melamin bleibt aufgelöst und ist vollständig verfügbar für die anschließende Analyse. Durch diese Verdünnung werden die Probe und der Eluent auch im Hinblick auf ihre Lösemittel eingengt.

7.2 Probenvorbereitung

Das feste Probenmaterial wird auf eine Partikelgröße von vorzugsweise weniger als 1 mm zermahlen. Zur Vermeidung von übermäßiger Wärmeentwicklung wird das Kryomahlen empfohlen. Für eine repräsentative Probe sind 10 g des Prüfmateri als erforderlich. Das Probenmaterial muss in staubgeschützten Tüten bei Raumtemperatur gelagert werden. Es wird eine Bestimmung des Trockengehaltes nach EN 322 durchgeführt.

ANMERKUNG Flüssige Proben (Harze) werden in Übereinstimmung mit den Festlegungen in den Sicherheitsdatenblättern und technischen Datenblättern bei Raumtemperatur oder in einem Kühlschrank bei $(6 \pm 2)^\circ\text{C}$ gelagert. Unmittelbar vor der Probenahme wird das flüssige Material durch Schütteln homogenisiert. Es wird eine Bestimmung des Trockengehaltes nach EN 827 durchgeführt.

7.3 Extraktion

7.3.1 Allgemeines Verfahren für festes Probenmaterial

1 g homogenisiertes Probenmaterial wird in eine 20-ml-Flasche mit Schraubverschluss gewogen. 10 ml DMSO werden hinzugefügt und die Flasche wird sorgfältig verschlossen.

Falls weniger als 1 g Probenmaterial verfügbar ist, wird das gesamte Material für die Bestimmung verwendet und das DMSO-Volumen muss angepasst werden.

Die Probe wird durch konstantes Schütteln für 2 h bei Raumtemperatur extrahiert.

7.3.2 Allgemeines Verfahren für flüssiges Probenmaterial

100 mg homogenisiertes Probenmaterial werden in einen 10-ml-Messkolben gewogen, es wird bis zur Markierung mit DMSO aufgefüllt, und der Messkolben wird sorgfältig verschlossen. Die Probe wird durch konstantes Schütteln für 2 h bei Raumtemperatur extrahiert.

7.3.3 Extraktverdünnung bei geringem Melamingehalt

1 ml Probenextrakt wird in eine 20-ml-Flasche mit Schraubverschluss gegeben und es werden 9 ml Acetonitril hinzugefügt. Je nach Aushärtungsstatus werden die Harzbestandteile ausgefällt, während das Melamin gelöst bleibt. Nach einer Haltezeit von 1 h wird der lösliche Überstand für die HPLC-Analyse verwendet. Mithilfe einer Einmalspritze und eines Einmalfilters (PTFE, 0,2 µm) wird der Überstand in HPLC-Fläschchen überführt.

Der Verdünnungsfaktor f beträgt 10.

7.3.4 Extraktverdünnung bei hohem Melamingehalt

1 ml Probenextrakt wird in eine 10-ml-Flasche mit Schraubverschluss gegeben und es wird 1 ml Acetonitril hinzugefügt. In Acetonitril nicht lösliche Harzbestandteile werden während einer Haltezeit von 1 h ausgefällt. 1 ml des Überstands wird in eine 20-ml-Flasche mit Schraubverschluss gegeben und es werden 9 ml Acetonitril hinzugefügt. Die Lösung wird gründlich geschüttelt und für die HPLC-Analyse verwendet. Die homogenisierte Probe wird mithilfe einer Einmalspritze und eines Einmalfilters (PTFE, 0,2 µm) in HPLC-Fläschchen überführt.

Der Verdünnungsfaktor f beträgt 20.

8 Durchführung

8.1 HPLC-Analyse

8.1.1 Allgemeines

Die Abtrennung der Analyte erfolgt mithilfe eines Hochleistungsflüssigkeitschromatographen mit einer geeigneten Säule (vorzugsweise HILIC-Säule) und es wird eine UV-Detektion mit einem Diodenarraydetektor (DAD) durchgeführt.

Ein definiertes Volumen der nach Abschnitt 7 hergestellten Acetonitrillösung muss in das HPLC-System injiziert werden. Das injizierte Volumen muss bei dem Extrakt und den Standards gleich sein.

Die Geräteparameter werden in Übereinstimmung mit den Herstelleranweisungen optimiert und angepasst.

8.1.2 Eluentvorbereitung

0,770 8 g Ammoniumacetat ($M = 77,08$ g/mol) werden in einen 1 000-ml-Messkolben gewogen. 50 ml doppelt deionisiertes Wasser werden hinzugefügt und der Messkolben wird bis zur Markierung mit Acetonitril aufgefüllt.

Der Eluent enthält somit 10 mmol/l Ammoniumacetat in AcN, was einem Volumenanteil von 5 % wässrigem Ammoniumacetat in AcN entspricht. Der Eluent wird vor der Verwendung gründlich entgast.

8.1.3 HPLC-Parameter

Typische HPLC-Parameter sind in Anhang A aufgeführt.