

DIN EN ISO 19448



ICS 71.100.70

Einsprüche bis 2016-08-10

Entwurf**Zahnheilkunde –****Analyse der Fluoridkonzentration in wässrigen Lösungen durch Einsatz einer fluoridionenselektiven Elektrode (ISO/DIS 19448:2016);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 19448:2016****Dentistry –****Analysis of Fluoride Concentration in Aqueous Solutions by use of Fluoride-Ion Selective Electrode (ISO/DIS 19448:2016);****German and English version prEN ISO 19448:2016****Médecine bucco-dentaire –****Analyse de la concentration en fluorures d'échantillons en solution aqueuse en utilisant une électrode sélective de l'ion fluorure (ISO/DIS 19448:2016);****Version allemande et anglaise prEN ISO 19448:2016****Anwendungswarnvermerk**

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2016-06-10 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de 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 nadent@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Dental (NADENT) (Hausanschrift: Alexander-Wellendorff-Str. 2, 75172 Pforzheim).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 33 Seiten

DIN-Normenausschuss Dental (NADENT)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 19448:2016) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 106 „Dentistry“ (Sekretariat: SCC, Kanada) in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 55 „Zahnheilkunde“ (Sekretariat: DIN, Deutschland) erarbeitet.

Im DIN-Normenausschuss Dental (NADENT) ist hierfür der Arbeitsausschuss NA 014-00-19 AA „Mundpflegeprodukte“ zuständig.

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

ISO 1942	siehe	DIN EN ISO 1942
ISO 3696	siehe	DIN ISO 3696

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der prEN ISO 19448 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 1942, *Zahnheilkunde — Vokabular*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke; Anforderungen und Prüfungen*

Zahnheilkunde — Analyse der Fluoridkonzentration in wässrigen Lösungen durch Einsatz einer fluoridionenselektiven Elektrode (ISO/DIS 19448:2016)

Médecine bucco-dentaire — Analyse de la concentration en fluorures d'échantillons en solution aqueuse en utilisant une électrode sélective de l'ion fluorure (ISO/DIS 19448:2016)

Dentistry — Analysis of Fluoride Concentration in Aqueous Solutions by use of Fluoride-Ion Selective Electrode (ISO/DIS 19448:2016)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.8f

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	6
5 Reagenzien und Hilfsstoffe	7
5.1 Chemikalien zur Vorbereitung der TISAB-Lösung (en: Total Ionic Strength Adjusting Buffer)	7
5.2 Chemikalien zur Vorbereitung der Natriumfluoridstandards	7
6 Prüfgeräte	7
7 Herstellung	8
7.1 TISAB-Lösung	8
7.2 TISAB-Blindlösung	8
7.3 Fluorid-Stammlösungen	8
7.4 Kalibrierkurve	8
8 Verfahren	9
8.1 Direktes Analyseverfahren	9
8.2 Standardadditionsverfahren	10
8.3 Verdünnungsanalyseverfahren	11
8.4 Mehrprobenadditionsverfahren	11
8.5 Interne Standardverfahren	11
9 Technische Anmerkungen zu den Analyseverfahren	12
10 Berechnungen	12
10.1 Direktes Analyseverfahren	12
10.2 Standardadditionsverfahren	12
10.3 Verdünnungsanalyseverfahren	13
10.4 Mehrprobenadditionsverfahren	13
10.5 Internes Standardverfahren	13
11 Prüfbericht	13
12 Fehlerbehebung	13
Literaturhinweise	15

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 19448:2016) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 106 „Dentistry“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 55 „Zahnheilkunde“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 19448:2016 wurde vom CEN als prEN ISO 19448:2016 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise 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 Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen 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. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien 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 empfangenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

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.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 106, Dentistry, Unterkomitee SC 7, Oral Care Products.

Einleitung

Fluorid wird in der Zahnheilkunde hauptsächlich zur Kariesprävention angewendet. Fluorid ist der aktive Bestandteil zur Kariesprävention in vielen Dentalprodukten, wie zum Beispiel Zahnpasten, Mundspüllösungen und Lacken, die Fluorid freisetzen. Die Fluoridkonzentration in diesen Produkten ist ein integraler Bestandteil anderer Normen, in denen das Produkt auf seinen Fluoridgehalt analysiert werden muss. Diese Norm enthält Verfahren, die auf der Anwendung einer fluoridionenselektiven Elektrode zur Analyse des Gesamtfluoridgehalts in wässrigen Proben beruhen. Die Verfahren beschreiben die Anwendungen für die fluoridionenselektive Elektrode und gehen davon aus, dass die probenspezifischen Vorbereitungen, wie die Verarbeitung, Destillation, usw. in den Normen beschrieben wurden, die auf die spezifischen Produkttypen abzielen.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm bestimmt Prüfverfahren zur Quantifizierung von Fluoridkonzentrationen in Dentalprodukten, einschließlich Zahnpasten, Mundspüllösungen, Lacken, die Fluorid freisetzen und anderen Produkten, die Fluorid enthalten. Die Verfahren beschreiben die Anwendung einer fluoridionenselektiven Elektrode zur Analyse des Gesamtfluoridgehalts in wässrigen Proben, die von Dentalprodukten genommen wurden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. 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).

ISO 1942, *Dentistry — Vocabulary*

ISO 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

ISO 78-2, *Chemistry — Layouts for standards — Part 2: Methods of chemical analysis*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 78-2, ISO 1942.

4 Kurzbeschreibung

Dieses Prüfverfahren wird zur Bestimmung der Fluoridkonzentration in wässrigen Lösungen verwendet, die von Dentalprodukten als Proben genommen werden. Bei den folgenden Prüfverfahren wird die Anwendung von fluoridionenselektiven Elektroden (F-ISE) vorausgesetzt.

Das Messelement der fluoridionenselektiven Elektrode besteht aus einem einzelnen Kristall aus Europium(II)-dotiertem Lanthanfluorid, LaF_3 . Wenn das Messelement in Kontakt mit einer Lösung gerät, die Fluoridionen enthält, entwickelt sich ein Elektrodenpotenzial am Messelement. Dieses Potenzial, welches von der Aktivität der freien Fluoridionen in der Lösung $\{\text{F}^-\}$ abhängt, wird gegenüber einem konstanten Referenz-Elektrodenpotenzial mit einem digitalen pH/mV-Meter oder einem ISE-Potentiometer (für die Konzentration) gemessen. Ein Potenzial (E) wird entwickelt, welches sich proportional zum Logarithmus der Aktivität der Fluoridionen $\{\text{F}^-\}$ in der Lösung nach der Nernst-Gleichung verhält.

$$E = E_0 + S * \log\{\text{F}^-\} \quad (1)$$

Dabei ist

E	das gemessene Elektrodenpotenzial
E_0	das Referenzpotenzial (eine Konstante)
$\{\text{F}^-\}$	das Aktivitätsniveau der Fluoridionen in der Lösung
S	die Elektrodensteilheit (ungefähr 58,6 mV pro zehnfach $\{\text{F}^-\}$, bei Zimmertemperatur)

Das Niveau der Fluoridionen $\{F^{-}\}$ ist die Aktivität oder „effektive Konzentration“ der freien Fluoridionen in der Lösung. Das Aktivitätsniveau der Fluoridionen steht über den Aktivitätskoeffizienten γ mit der Konzentration der freien Fluoridionen $[F]$ in Relation. Der Aktivitätskoeffizient bezieht sich auf die Ionenstärke der Lösung. Für diese Messungen wird die Ionenstärke der Proben durch Anwendung einer Lösung, welche die Gesamtionenstärke einstellt (TISAB), konstant gehalten, welche ebenso die fluoridbindenden Kationen chelatisiert und die pH-Lösung auf dem optionalen Niveau für die Empfindlichkeit der fluoridionenselektiven Elektrode einstellt. Beim Einsatz von TISAB zur Einstellung der Ionenstärke der Lösung verläuft das elektrische Potenzial proportional zur Konzentration der Fluoridionen in der Lösung.

Eine Kalibrierkurve wird erstellt, indem das gemessene Potenzial gegen die Fluoridionenkonzentration in bekannten Stammlösungen aufgetragen wird. Dann wird das Potenzial für die unbekannte Probe gemessen und die Konzentration F^{-} in der Probe kann von der Kalibrierkurve abgezogen werden.

Die Probe wurde, wie für den jeweiligen Probetyp vorgegeben, vorbereitet und die endgültige Zusammensetzung der wässrigen Lösung muss ein Volumen von mindestens 1 ml aufweisen. Proben, welche mehr als 0,01 mol/l F (190 mg/l F) enthalten, sollten mithilfe von entionisiertem Wasser auf Konzentrationen mit weniger als 0,01 mol/l F verdünnt werden.

5 Reagenzien und Hilfsstoffe

5.1 Chemikalien zur Vorbereitung der TISAB-Lösung (en: Total Ionic Strength Adjusting Buffer)

5.1.1 Cyclohexylendinitrilotetraessigsäure (CDTA) oder 1,2-Diaminocyclohexan-N,N',N'-Tetraessigsäure

5.1.2 Essigsäure (CH_3COOH) Reagenzqualität.

5.1.3 Natriumchlorid (NaCl) Salz.

5.1.4 Natriumhydroxid (NaOH) bei 5 mol/l.

5.1.5 Entionisiertes Wasser, in Übereinstimmung mit ISO 3696:1987, Qualität 2.

5.2 Chemikalien zur Vorbereitung der Natriumfluoridstandards

5.2.1 Natriumfluorid (NaF), zuvor mindestens für 4 h bei 150° C getrocknet.

5.2.2 Entionisiertes Wasser, in Übereinstimmung mit ISO 3696:1987, Qualität 2.

6 Prüfgeräte

6.1 Analysenwaage, genau auf 0,1 g

6.2 Magnetrührstab

6.3 Magnetrührplatte

6.4 Pipette, zum Abmessen von 1 ml mit einer Genauigkeit von 0,01 ml

6.5 Fluoridionenselektive Elektrode (F-ISE), mit Bezugselektrode, oder Kombination F-ISE/Bezugselektrodenpaar

6.6 Kunststofffläschchen (oder Becherglas oder kleiner Behälter), Kapazität von 20 ml oder mehr (Fluorid wird nicht von Kunststoff aufgenommen, wohl aber von Glas)

6.7 pH-/mV-Elektrometer (pH-Messgerät), mit einer Empfindlichkeit von + 0,1 mV

7 Herstellung

7.1 TISAB-Lösung

7.1.1 Lösen Sie in einem 1-l-Becherglas mit ungefähr 500 ml entionisiertem H₂O 57 ml CH₃COOH, 58 g NaCl und 4 g CDTA oder 1,2-Diaminocyclohexan-N,N,N',N'-Tetraessigsäure auf.

7.1.2 Abkühlen auf Raumtemperatur und Einstellen des pH-Wertes auf 5,0 bis 5,5 mit 5 mol/l NaOH.

7.1.3 Abkühlen auf Raumtemperatur, Übertragen auf 1-l-Messkolben und mit entionisiertem H₂O verdünnen.

ANMERKUNG 1 Die Vorbereitung der TISAB-Lösung wird in ASTM D1179-10:2010, Abschnitt 18.1, beschrieben.

ANMERKUNG 2 TISAB ist das Puffersystem, welches zur Vorbereitung der Proben für die Analyse mittels einer fluoridionenselektiven Elektrode (F-ISE) eingesetzt wird. Die F-ISE hat mehrere Einschränkungen, die ihre Anwendungsmöglichkeiten begrenzen können. So ist sie nur für ionisches Fluorid in einer Lösung empfindlich und kann nicht auf Komplexe aus Fluorid, wie zum Beispiel Calciumfluorid, angewandt werden. Mehrwertige Kationen, wie Calcium, Magnesium, Eisen usw. können Fluoridkomplexe in Lösungen bilden, was deren ionische Fluoridkonzentration senkt. Zusätzlich ist die F-ISE empfindlich gegenüber Schwankungen im pH-Wert der Probe und der Ionenstärke der Probe. Für eine genaue Analyse müssen die Proben und Standards dieselben pH-Werte und dieselbe Ionenstärke aufweisen. Diese Fluoridkomplexe müssen aufgebrochen werden, sodass das gesamte Fluorid in der Probe und im Standard in der ionischen Form vorliegt. Um auf diese Einschränkungen einzugehen, wird eine TISAB-Lösung (en: total ionic strength adjusting buffering system), welche den pH-Wert und die Ionenstärke der Probe einstellt und auch Chelatoren enthält, welche die Kationen binden, die Fluoridkomplexe bilden können, eingesetzt.

ANMERKUNG 3 TISAB II® (Orion Research) ist erhältlich bei Thermo Fisher Scientific, Beverly, MA 01915 USA.

7.2 TISAB-Blindlösung

Mischen von gleichen Volumen TISAB und entionisiertem Wasser für eine Blindlösung.

7.3 Fluorid-Stammlösungen

7.3.1 1×10^{-2} mol/l NaF-Stammlösung: Auflösen von 209,9 mg genau ausgewogenem NaF in 200 ml entionisiertem H₂O, danach quantitative Übertragung in einen 500-ml-Messkolben und mit entionisiertem H₂O auf Volumen verdünnen.

7.3.2 1×10^{-3} mol/l NaF-Stammlösung: Pipettieren von 25,0 ml einer 10^{-2} mol/l NaF-Stammlösung in einen 250-ml-Messkolben. Mit entionisiertem H₂O auf Volumen verdünnen.

7.3.3 1×10^{-4} mol/l NaF-Stammlösung: Pipettieren von 25,0 ml einer 10^{-3} mol/l Lösung in einen 250-ml-Messkolben. Mit entionisiertem H₂O auf Volumen verdünnen.

7.3.4 1×10^{-5} mol/l NaF-Stammlösung: Pipettieren von 25,0 ml einer 10^{-4} mol/l Lösung in einen 250-ml-Messkolben. Mit entionisiertem H₂O auf Volumen verdünnen.

ANMERKUNG Eine zertifizierte NaF-Stammlösung bei 0,10 mol/l ist erhältlich bei Thermo Fisher Scientific, Beverly, MA 01915 USA.

7.4 Kalibrierkurve

7.4.1 Von jeder Stammlösung werden 5,0 ml in ein Kunststofffläschchen (oder einen Becher oder einen kleinen Behälter) pipettiert.

7.4.2 5,0 ml der TISAB-Pufferlösung werden zu jedem Kunststofffläschchen hinzugegeben.

7.4.3 Ein Rührstab wird hinzugegeben und die Lösung wird durchgemischt.

7.4.4 Die F-ISE und die Bezugselektroden werden in die Stammlösung eingeführt.