

DIN EN ISO 6923



ICS 87.040

Einsprüche bis 2024-04-09

Entwurf

**Beschichtungsstoffe –
Bestimmung des Gehaltes an monomeren Diisocyanaten in
Beschichtungsstoffen und ähnlichen Produkten mittels
Hochleistungsflüssigkeitschromatographie mit Ultraviolettdektion
(HPLC-UV) (ISO 6923:2023);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 6923:2024**

Paints and varnishes –

Determination of monomeric diisocyanate content in coating materials and similar products using high performance liquid chromatography with ultraviolet detection (HPLC-UV) (ISO 6923:2023);

German and English version prEN ISO 6923:2024

Peintures et vernis –

Détermination de la teneur en diisocyanate monomère dans les matériaux de revêtement et produits similaires par chromatographie liquide haute performance avec détection ultraviolette (HPLC-UV) (ISO 6923:2023);

Version allemande et anglaise prEN ISO 6923:2024

Anwendungswarnvermerk

Dieser Entwurf mit Erscheinungsdatum 2024-02-09 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 nab@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 Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB), 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 34 Seiten

DIN-Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 6923:2023 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 35 „Paints and varnishes“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 6923:2024 durch das Technische Komitee CEN/TC 139 „Lacke und Anstrichstoffe“ übernommen, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 002-00-02 AA „Lackrohstoffe“ im DIN-Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB).

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.

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 4618	siehe	DIN EN ISO 4618
ISO 15528	siehe	DIN EN ISO 15528
ISO/IEC 17025	siehe	DIN EN ISO/IEC 17025

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

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 4618, *Beschichtungsstoffe — Begriffe*

DIN EN ISO 15528, *Beschichtungsstoffe und Rohstoffe für Beschichtungsstoffe — Probenahme*

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

– Leerseite –

Februar 2024

prEN ISO 6923

**Beschichtungsstoffe – Bestimmung des Gehaltes an monomeren Diisocyanaten in
Beschichtungsstoffen und ähnlichen Produkten mittels
Hochleistungsflüssigkeitschromatographie mit Ultraviolett-detektion (HPLC-UV)
(ISO 6923:2023)**

Paints and varnishes – Determination of monomeric diisocyanate content in coating materials and similar products using high performance liquid chromatography with ultraviolet detection (HPLC-UV) (ISO 6923:2023)

Peintures et vernis – Détermination de la teneur en diisocyanate monomère dans les matériaux de revêtement et produits similaires par chromatographie liquide haute performance avec détection ultraviolette (HPLC-UV) (ISO 6923:2023)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	6
5 Gerät	6
6 Reagenzien	8
7 Bezugsstandards	9
8 Probenahme	9
9 Durchführung	9
9.1 Probenvorbereitung	9
9.2 Kalibrierung	10
9.2.1 Herstellung des Standards	10
9.2.2 Quantifizierung	10
10 Berechnung	13
11 Angabe der Ergebnisse	13
12 Prüfbericht	14
Anhang A (informativ) Angaben zur Validierung	15
Literaturhinweise	16

Bilder

Bild 1 — Chromatogramm einer Reihe von 6 Konzentrationen von Standards bei 250 nm	11
Bild 2 — Chromatogramm einer Reihe von 6 Konzentrationen von Standards bei 275 nm	12
Bild 3 — Kalibrierkurve mit 6 Konzentrationen 4,4'-MDI mit einem Vertrauensbereich von 0,95	13

Tabellen

Tabelle 1 — Parameter	7
Tabelle 2 — Referenzstandards	10
Tabelle A.1 — Durchschnittliche Wiederfindung mit einem Vertrauensbereich von 0,95 bei 0,1 %	15
Tabelle A.2 — Z-Wert des Ringversuchs aus dem Jahr 2019 bei 0,1 %	15

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 6923:2023 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 35 „Paints and varnishes“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und vom Technischen Komitee CEN/TC 139 „Lacke und Anstrichstoffe“ als prEN ISO 6923:2024 übernommen, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 6923:2023 wurde von CEN als prEN ISO 6923:2024 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO 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 staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC Directives, Teil 1, beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC Directives, Teil 2, erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

ISO weist auf die Möglichkeit hin, dass die Anwendung dieses Dokuments mit der Verwendung eines oder mehrerer Patente verbunden sein kann. ISO bezieht jedoch in dieser Hinsicht keinerlei Stellung bezüglich Nachweis, Gültigkeit oder Anwendbarkeit jeglicher beanspruchten Patentrechte. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieses Dokuments lag ISO keine Mitteilung über ein Patent bzw. mehrere Patente vor, welche/s zur Umsetzung dieses Dokuments erforderlich sein könnte/n. Anwender werden jedoch darauf hingewiesen, dass dies möglicherweise nicht der aktuelle Informationsstand ist. Dieser kann jedoch der Patentdatenbank unter www.iso.org/patents entnommen werden. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 35, *Paints and varnishes*, Unterkomitee SC 16, *Chemical analysis*, erarbeitet.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Einleitung

Das in diesem Dokument beschriebene Analysenverfahren wurde im Jahr 2011 entwickelt. Die Gültigkeit dieses Verfahrens wurde in Bezug auf den geringen Gehalt an monomeren Diisocyanaten mit einem Massenanteil von unter 0,20 % bis zu seiner Fertigstellung im Jahr 2015 fortlaufend überprüft. Mehrere interne Ringversuche zeigten seine Vergleichspräzision eindeutig auf. Darüber hinaus wurde im Rahmen von Ringversuchen, die vom Verband der europäischen Kleb- und Dichtstoffindustrie (FEICA) organisiert wurden, nachgewiesen, dass das beschriebene Verfahren eine genaue Bestimmung des Gehaltes an monomeren Diisocyanaten in unterschiedlichen Polyurethan-Matrices (PU-Matrices) zulässt.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur quantitativen Bestimmung des Gehaltes an monomeren Diisocyanaten in Beschichtungsstoffen, Klebstoffen und sonstigen flüssigen oder pastenförmigen Stoffen fest.

Dieses Verfahren eignet sich zur Quantifizierung der folgenden monomeren Diisocyanate: Methyldiphenyl-Diisocyanat (MDI, 2,4'-MDI und 4,4'-MDI), Toluoldiisocyanat (TDI, 2,6-TDI, 2,4-TDI), Isophorondiisocyanat (IPDI) (cis/trans) und Hexamethyldiisocyanat (HDI, 1,6-HDI) in unterschiedlichen Matrices für Konzentrationen zwischen 0,01 % und 2,0 % (Massenanteil). Bei höheren Konzentrationen wird vor der Derivatisierung eine geeignete Verdünnung mit P-Nitrobenzyl-N-Propylamin (PNBPA) vorgenommen. Die Messungen werden mittels Ultra-Hochleistungsflüssigkeitschromatographie mit einem Detektor für mehrere Wellenlängen durchgeführt.

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).

ISO 4618, *Paints and varnishes — Vocabulary*

ISO 15528, *Paints, varnishes and raw materials for paints and varnishes — Sampling*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 4618.

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

Die Probe wird direkt in einen 10-ml-Messkolben eingewogen (die Masse hängt von dem Isocyanatgehalt ab). Der Messkolben wird bis zur Marke mit trockenem Acetonitril aufgefüllt. Anschließend wird in einer Probenflasche ein Aliquot der Lösung mit PNBPA in trockenem Acetonitril derivatisiert (1+1 Volumenanteil). Nach der Filtration wird die klare Lösung direkt in den Hochleistungsflüssigkeitschromatographen (HPLC) injiziert.

5 Gerät

Übliches Labor- und Glasgerät, zusammen mit Folgendem verwenden.

5.1 HPLC/UV mit den in Tabelle 1 angegebenen Parametern.

Tabelle 1 — Parameter

System	HPLC-System mit einem Druck von bis zu 600 bar ^b und einer Vierkanal-Gradientenpumpe mit Trockenschrank mit Thermostat																																							
Detektor	Detektor für mehrere Wellenlängen																																							
Säule	HPLC-Säule, oberflächliche poröse Partikel, C18 100 Å, Partikelgröße 2,6 µm, Maße der Säule (100 × 3) mm, z. B. Kinetex ^{TMa}																																							
Säulenofen	(30 ± 1) °C																																							
Mobile Phase A	40 mM Natriumacetat (pH-Wert: 4,5)																																							
Mobile Phase B	frisch entionisiertes Wasser																																							
Mobile Phase C	Acetonitril																																							
Gradient	<table><tr><td>Zeit (min)</td><td>A %</td><td>B %</td><td>C %</td></tr><tr><td>-4,00</td><td>55</td><td>0</td><td>45</td></tr><tr><td>0,00</td><td>55</td><td>0</td><td>45</td></tr><tr><td>3,25</td><td>45</td><td>0</td><td>55</td></tr><tr><td>5,70</td><td>35</td><td>0</td><td>65</td></tr><tr><td>5,80</td><td>0</td><td>35</td><td>65</td></tr><tr><td>6,00</td><td>0</td><td>35</td><td>65</td></tr><tr><td>7,00</td><td>0</td><td>5</td><td>95</td></tr><tr><td>10,00</td><td>0</td><td>5</td><td>95</td></tr></table>				Zeit (min)	A %	B %	C %	-4,00	55	0	45	0,00	55	0	45	3,25	45	0	55	5,70	35	0	65	5,80	0	35	65	6,00	0	35	65	7,00	0	5	95	10,00	0	5	95
Zeit (min)	A %	B %	C %																																					
-4,00	55	0	45																																					
0,00	55	0	45																																					
3,25	45	0	55																																					
5,70	35	0	65																																					
5,80	0	35	65																																					
6,00	0	35	65																																					
7,00	0	5	95																																					
10,00	0	5	95																																					
Volumenstrom	1,40 ml/min																																							
Nachweis	UV 275 nm 2,6-TDI, 2,4-TDI, c/t-IPDI, 1,6-HDI UV 250 nm 2,4'-MDI; 4,4'-MDI																																							
Injektionsvolumen	2,5 µl																																							

^a Kinetex ist der Handelsname eines von Phenomenex angebotenen Produktes. Diese Angabe dient zur Unterrichtung der Personen, die dieses Dokument anwenden, und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produktes durch ISO. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu den gleichen Ergebnissen führen.

^b 1 bar = 0,1 MPa = 10⁵ Pa; 1 MPa = 1 N/mm².

5.2 Waage

Im Bereich von 60 g wird eine Ablesbarkeit auf 0,01 mg, Wiederholpräzision von 0,015 mg und Linearität von ±0,08 mg erwartet.

5.3 Filtersystem, Glasgeräte zur Filtration

5.4 Filtermembranen, Polyamid 66, Porenweite 0,20 µm, Durchmesser 47 mm.

5.5 Pipette, mit einem Nennvolumen von 200 µl, 1 000 µl und 10 000 µl.

5.6 Messkolben, mit einem Nennvolumen von 10 ml.

5.7 Pipettenspitze, Polypropylen, Spitzen-Halterung, 50 µl bis 1 000 µl.