SLOVENSKI STANDARD
kSIST FprEN ISO 18218-1:2015

01-februar-2015

Usnje - Določevanje etoksilatnih alkilfenolov - 1. del: Neposredna metoda (ISO/FDIS 18218-1:2014)

Leather - Determination of ethoxylated alkylphenols - Part 1: Direct method (ISO/FDIS 18218-1:2014)

Leder - Chemische Bestimmung von ethoxylierten Alkylphenolen - Teil 1: Direktes Verfahren (ISO/FDIS 18218-1:2014)

Cuir - Détermination chimique des alkylphénols éthoxylés - Partie 1: Méthode directe (ISO/FDIS 18218-1:2014)

Ta slovenski standard je istoveten z: FprEN ISO 18218-1

ICS:

59.140.30	Usnje in krzno	Leather and furs

kSIST FprEN ISO 18218-1:2015 de

2003-01.Slovenski inštitut za standardizacijo. Razmnoževanje celote ali delov tega standarda ni dovoljeno.

kSIST FprEN ISO 18218-1:2015

kSIST FprEN ISO 18218-1:2015

EUROPÄISCHE NORM

EUROPEAN STANDARD

NORME EUROPÉENNE

SCHLUSS-ENTWURF
FprEN ISO 18218-1

November 2014

ICS 59.140.30

Deutsche Fassung

Leder - Bestimmung von ethoxylierten Alkylphenolen - Teil 1: Direktes Verfahren (ISO/FDIS 18218-1:2014)

Leather - Determination of ethoxylated alkylphenols - Part 1: Direct method (ISO/FDIS 18218-1:2014)

Cuir - Détermination chimique des alkylphénols éthoxylés - Partie 1: Méthode directe (ISO/FDIS 18218-1:2014)

Dieser Europäische Norm-Entwurf wird den CEN-Mitgliedern zur parallelen formellen Abstimmung vorgelegt. Er wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 289 erstellt.

Wenn aus diesem Norm-Entwurf eine Europäische Norm wird, sind die CEN-Mitglieder gehalten, die CEN-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.

Dieser Europäische Norm-Entwurf wurde vom CEN in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch) erstellt. Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum des CEN-CENELEC mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.

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

Warnvermerk : Dieses Schriftstück hat noch nicht den Status einer Europäischen Norm. Es wird zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt. Es kann sich noch ohne Ankündigung ändern und darf nicht als Europäischen Norm in Bezug genommen werden.

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

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

© 2014 CEN Alle Rechte der Verwertung, gleich in welcher Form und in welchem Verfahren, sind weltweit den nationalen Mitgliedern von CEN vorbehalten.

kSIST FprEN ISO 18218-1:2015

Inhalt

Seite

Vorwort 3

Einleitung 4

1 Anwendungsbereich 5

2 Normative Verweisungen 5

3 Kurzbeschreibung 5

4 Prüfgeräte und Materialien 5

5 Chemikalien 6

6 Probenahme 7

7 Probenvorbereitung und Analyse 7
7.1 Extraktion 7
7.2 Analyse 7
7.3 Kalibrierung 7
7.4 Berechnung 7

8 Prüfbericht 8

Anhang A (informativ) **Betriebsparameter der chromatografischen Analyse** 9
A.1 Vorbemerkung 9
A.2 Betriebsparameter für Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC) und Triple-Quadrupol-Massenspektrometer (MSMS) 9
A.3 Beispiel von Chromatogramm und Massenspektrum von Nonylphenolethoxylat, $NPEO_n$ 10

Literaturhinweise 12

kSIST FprEN ISO 18218-1:2015

Vorwort

Dieses Dokument (FprEN ISO 18218-1:2014) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 289 „Leder“ dessen Sekretariat vom UNI gehalten wird, in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee ISO/TC IULTCS „International Union of Leather Technologists and Chemists Societies“ erarbeitet.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen formellen Abstimmung vorgelegt.

ISO 18218, *Leather — Determination of ethoxylated alkylphenols*, besteht aus den folgenden Teilen:

— *Part 1: Direct Method*

— *Part 2: Indirect Method*

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/FDIS 18218-1:2014 wurde vom CEN als FprEN ISO 18218-1:2014 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

kSIST FprEN ISO 18218-1:2015

Einleitung

Nonylphenolethoxylat gehört zu den nicht-ionischen Tensiden. Beim biologischen Abbau von Nonylphenolethoxylat wird der langlebige Schadstoff, das verzweigte Nonylphenol freigesetzt. Nonylphenol ist eine hormonell wirkende Substanz, die für Wasserorganismen und viele andere Organismen toxisch ist. Die Freisetzung von Nonylphenolethoxylat in die Umwelt sollte aus diesem Grund vermieden werden.

Im Jahr 2003 hat die Europäische Richtlinie 2003/53/EG den Verkauf und die Verwendung von Nonylphenol und Nonylphenolethoxylat in Produktzubereitungen für Branchen mit Einleitungen ins Abwasser beschränkt. Zubereitungen, die Konzentrationen gleich oder höher als 0,1 % Nonylphenolethoxylat oder Nonylphenol enthalten, wurden verboten. Diese Richtlinie ist Teil der EU-Verordnung 1907/2006 (REACH).

Eine detaillierte Zusammensetzung des chemischen Stoffes Nonylphenolethoxylat kann nicht angegeben werden, dem Stoff wird die allgemeine Strukturformel zugewiesen:

$$(C_9\text{-Alkylkette, verzweigt oder linear}) - Ph - [OCH_2CH_2]_n - OH \qquad (\text{mit } Ph = \text{Phenyl}, n \geq 1).$$

Die Europäische Chemikalienagentur (ECHA) hat, um die Gruppe der verzweigten oder linearen Ethoxylate von 4-Nonylphenol zu erfassen, dem Stoff die folgende Definition zugewiesen: *4-Nonylphenol, verzweigt oder linear, ethoxyliert [Stoffe mit einer linearen und/oder verzweigten Alkylkette mit einer Kohlenstoffzahl von 9, in Position 4 an Phenol kovalent gebunden, ethoxyliert, umfassen UVCB- und chemisch genau definierte Stoffe, Polymere und Homologe, die jedes der einzelnen Isomere und/oder Kombinationen aus ihnen einschließen].*

In der Lederindustrie wurden Nonylphenolethoxylat und Octylphenolethoxylat als Tenside verwendet. Jedoch wurden die in Wasser unlöslichen Stoffe Nonylphenol und Octylphenol nicht verwendet. Aus diesem Grund wurden zwei unterschiedliche analytische Verfahren zur Analyse von Lederproben entwickelt.

Dieser Teil der ISO 18218 ist ein Verfahren zur direkten Bestimmung des ethoxylierten Alkylphenols. Es ist ein effizientes Verfahren für die Analyse einer größeren Anzahl von Lederproben. Dieses Verfahren erfordert eine HPLC mit einem Triple-Quadrupol-Massenspektrometer (MSMS), um Nonylphenolethoxylat und Octylphenolethoxylat zu identifizieren.

Die ISO 18218-2 ist ein Verfahren zur Analyse des Alkylphenols. Das ethoxylierte Alkylphenol wird unter Freisetzung des Alkylphenols gespalten, das mithilfe von Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC) oder Gaschromatographie mit Massenspektrometrie-Kopplung (GC-MS) identifiziert wird. Dieses Verfahren kann auch angewendet werden, um den Gehalt an Alkylphenolethoxylat in Leder und Prozesshilfsstoffen indirekt zu bestimmen.

kSIST FprEN ISO 18218-1:2015

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil der ISO 18218 legt ein Verfahren zur Bestimmung von ethoxylierten Alkylphenolen [Nonylphenolethoxylat ($NPEO_n$ mit $1 \leq n \leq 16$) und Octylphenolethoxylat ($OPEO_n$ mit $1 \leq n \leq 16$)] in Leder fest. Dieses direkte Verfahren ist besonders geeignet, wenn eine größere Anzahl von Lederproben auf die Anwesenheit von ethoxylierten Alkylphenolen zu überprüfen ist.

Dieses Verfahren erfordert die Anwendung der Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC) mit einem Triple-Quadrupol-Massenspektrometer (MSMS), um ethoxylierte Alkylphenole zu identifizieren und quantitativ zu bestimmen.

Anhang A dieser Norm ist nur informativ.

ANMERKUNG 1 Das in der Lederindustrie am häufigsten verwendete handelsübliche ethoxylierte Alkylphenol ist NPEO mit einem Mittelwert von 9 EO. Es hat bei den typischen Verarbeitungstemperaturen von Leder von 40 °C bis 55 °C einen optimalen Trübungspunkt in Wasser.

ANMERKUNG 2 ISO 18218-1 und ISO 18218-2 verwenden verschiedene Lösemittel zur Extraktion der ethoxylierten Alkylphenole aus Leder. Für die beiden analytischen Verfahren wird erwartet, dass sie für den Gehalt ethoxylierter Alkylphenole in Leder konsequenterweise ähnliche Tendenzen jedoch nicht zwangsläufig das absolut identische Ergebnis liefern.

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 2418, *Leather — Chemical, physical and mechanical and fastness tests — Sampling location*

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

ISO 4044, *Leather — Chemical tests — Preparation of chemical test samples*

3 Kurzbeschreibung

Die Lederprobe wird mit Methanol im Ultraschallbad extrahiert. Anschließend kann ein Aliquot der Lösung nach dem Filtrieren direkt ohne weitere Reinigung der Probe mittels Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC) mit einem Triple-Quadrupol-Massenspektrometer (MSMS) analysiert werden.

4 Prüfgeräte und Materialien

Übliche Laborausstattung und besonders die Folgende:

5.1 Ultraschallbad, mit regelbarer Heizung, sodass eine Temperatur von (70 ± 5) °C gehalten werden kann.

5.2 Glasbehälter mit einer Schraubkappe (22 ml haben sich als geeignet erwiesen).

5.3 Polypropylen- oder **Polyethylenspritze**, 2 ml.

5.4 Spritzenmembranfilter, Porengröße 0,2 µm, zur Benutzung mit der Spritze (5.3).

kSIST FprEN ISO 18218-1:2015

5.5 Messkolben, 10 ml und 100 ml.

5.6 Analysenwaage, auf 1 mg genau.

5.7 Pipetten, verschiedene Größen, 1 ml bis 5 ml.

5.8 Instrumentelle Ausstattung: Hochleistungsflüssigkeitschromatograph mit Gradientenelution und Triple-Quadrupol-Massenspektrometer (HPLC-MSMS).

5 Chemikalien

Wenn nicht anders festgelegt, sind nur analysenreine Chemikalien zu verwenden.

6.1 Methanol.

6.2 Nonylphenolethoxylat, $NPEO_n$ mit $n = 9 - 10$, CAS-Nr. 68412-54-4, Sigma-Aldrich® Produkt-Nr. T9284 (IGEPAL® CO-630)[1)], technisch rein.

ANMERKUNG Die Handelsmarke wird angegeben, um die Vergleichbarkeit der Prüfergebnisse unter den Laboren zu verbessern. Das im Handel erhältliche Nonylphenolethoxylat enthält Ethoxylatgruppen von Nonylphenol mit linearen und verzweigten Strukturen, sodass die Verwendung einer anderen Referenz zu unterschiedlichen Ergebnissen führen kann. Gegenwärtig sind nur technisch reine Referenzen bei den Lieferanten von Laborchemikalien erhältlich.

6.3 Octylphenolethoxylat, $OPEO_n$ mit $n = 9 - 10$, CAS-Nr. 9002-93-1 Sigma-Aldrich® Produkt-Nr. 542334 (Triton™ X–100)[1)], technisch rein.

ANMERKUNG Die Handelsmarke wird angegeben, um die Vergleichbarkeit der Prüfergebnisse unter den Laboren zu verbessern. Das im Handel erhältliche Octylphenolethoxylat enthält Ethoxylatgruppen von Octylphenol mit linearen und verzweigten Strukturen, sodass die Verwendung einer anderen Referenz zu unterschiedlichen Ergebnissen führen kann. Gegenwärtig sind nur technisch reine Referenzen bei den Lieferanten von Laborchemikalien erhältlich.

6.4 Stammlösung von Nonylphenolethoxylat und Octylphenolethoxylat, $\rho = 250$ µg/ml.

25 mg des jeweiligen Alkylphenolethoxylats (6.2 und 6.3) werden in verschiedenen 100-ml-Messkolben (5.5) mit Methanol (6.1) gelöst, und das Volumen wird bis zur Marke aufgefüllt.

6.5 Kalibrierlösungen von Nonylphenolethoxylat und Octylphenolethoxylat

Vier Kalibrierlösungen von $\rho = 2{,}5$ µg/ml, $\rho = 5$ µg/ml, $\rho = 10$ µg/ml und $\rho = 50$ µg/ml werden für jedes Alkylphenolethoxylat unter Verwendung der jeweiligen Stammlösung (6.4) hergestellt.

6.6 Ameisensäure.

6.7 Wasser, entionisiert oder destilliert, Qualität 3 nach ISO 3696.

1) Sigma Aldrich® Produkt-Nr. T9284 (IGEPAL® CO 630) und Sigma Aldrich® Produkt-Nr. 542334 (Triton™ X-100) sind Beispiele geeigneter und handelsüblicher Produkte. Diese Information dient lediglich zur Unterrichtung der Anwender dieses Dokuments und bedeutet keine Anerkennung dieser Produkte durch die ISO 18218.