

SLOVENSKI STANDARD kSIST FprEN ISO 18219:2015

01-september-2015

Usnje - Določevanje kloriranih ogljikovodikov v usnju - Kromatografska metoda za kratke verige kloriranih parafinov (SCCP) (ISO/FDIS 18219:2015)

Leather - Determination of chlorinated hydrocarbons in leather - Chromatographic method for short-chain chlorinated paraffins (SCCP) (ISO/FDIS 18219:2015)

Leder - Bestimmung von chlorierten Kohlenwasserstoffen in Leder - Chromatographische Verfahren für kurzkettige Chlorparaffine (SCCP) (ISO/FDIS 18219:2015)

Cuir - Dosage des hydrocarbures chlorés dans le cuir - Méthode chromatographique pour les paraffines chlorées à chaîne courte (PCCC) (ISO/FDIS 18219:2015)

Ta slovenski standard je istoveten z: FprEN ISO 18219

ICS:

59.140.30 Usnje in krzno Leather and furs

kSIST FprEN ISO 18219:2015 de

kSIST FprEN ISO 18219:2015

EUROPÄISCHE NORM EUROPEAN STANDARD NORME EUROPÉENNE

SCHLUSS-ENTWURF FprEN ISO 18219

Mai 2015

ICS 59.140.30

Deutsche Fassung

Leder - Bestimmung von chlorierten Kohlenwasserstoffen in Leder - Chromatographische Verfahren für kurzkettige Chlorparaffine (SCCP) (ISO/FDIS 18219:2015)

Leather - Determination of chlorinated hydrocarbons in leather - Chromatographic method for short-chain chlorinated paraffins (SCCP) (ISO/FDIS 18219:2015) Cuir - Dosage des hydrocarbures chlorés dans le cuir - Méthode chromatographique pour les paraffines chlorées à chaîne courte (PCCC) (ISO/FDIS 18219:2015)

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

Inhalt

		Seite
Vorwo	ort	3
Einlei	itung	4
1	Anwendungsbereich	5
2	Normative Verweisungen	5
3	Kurzbeschreibung	5
4	Geräte und Materialien	
5	Chemikalien	6
6	Probenahme	6
7 7.1 7.2 7.3 7.4	Probenherstellung und AnalyseHerstellung der SCCP-Kalibrierlösung (50 μg/ml) mit einem Chlorierungsgrad von 59 % Extraktion von LederAufreinigung	6 6 7
8	Auswertung	7
9	Prüfbericht	8
Anhaı A.1	ng A (informativ) Betriebsparameter der chromatographischen Analyse Empfohlene Bedingungen der Gaschromatographie mit massenspektrometrischer Detektion nach negativer chemischer Ionisierung (GC-ECNI-MS)	
A.2	Kalibrierung und Berechnung	9

Vorwort

Dieses Dokument (FprEN ISO 18219:2015) wurde vom ISO/TC "International Union of Leather Technologists and Chemists Societies (IULTCS)" in Zusammenarbeit mit Technischen Komitee CEN/TC 289 "Leder", dessen Sekretariat vom UNI gehalten wird, erarbeitet.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen formellen Abstimmung vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/FDIS 18219:2015 wurde vom CEN als FprEN ISO 18219:2015 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Einleitung

Kurzkettige Chlorparaffine (SCCP, en: short-chain chlorinated paraffins) werden als umweltgefährdend eingestuft, da sie sehr giftig für Wasserorganismen sind und in der aquatischen Umwelt schädliche Langzeitwirkungen haben können.

Die Europäische Richtlinie 2002/45/EG hat im Jahr 2002 das Inverkehrbringen und die Verwendung kurzkettiger Chlorparaffine (C_{10} - C_{13}) in Produktzubereitungen für das Fettlickern von Leder beschränkt. Verboten wurden Zubereitungen mit Konzentrationen von gleich oder mehr als 1 % SCCP. Diese Richtlinie ist Bestandteil der Verordnung (EG) Nr. 1907/2006 (REACH). Im Oktober 2008 wurden die kurzkettigen Chlorparaffine innerhalb dieser EG-Verordnung in die Kandidatenliste der besonders besorgniserregenden Stoffe (SVHC: substances of very high concern) aufgenommen.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein chromatographisches Verfahren zur Bestimmung der in verarbeitetem und nicht verarbeitetem Leder vorkommenden kurzkettigen Chlorparaffine (SCCP) (C₁₀-C₁₃) fest.

Anhang A dient nur der Information.

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

3 Kurzbeschreibung

Die Lederprobe wird für 60 min in einem Ultraschallbad mit *n*-Hexan bei 60 °C extrahiert. Nach SPE-Aufreinigung wird dann ein Aliquot mittels Gaschromatographie mit massenspektrometrischer Detektion nach negativer chemischer Ionisierung (GC-ECNI-MS) analysiert.

Ein Flüssigchromatographiesystem mit Single-Quad- (LC/MS) oder Triple-Quad-Massenspektrometrie (LC-MSMS) kann auch verwendet werden, sofern der Benutzer nachgewiesen hat, dass die Messgenauigkeit der Messgenauigkeit des GC-ECNI-MS-Verfahrens gleichwertig ist.

4 Geräte und Materialien

Übliche Laborgeräte, besonders die Folgenden:

- 4.1 Analysenwaage.
- **4.2** Verschließbares Gefäß mit Deckel, 20 ml, zur Extraktion mit *n*-Hexan geeignet.
- 4.3 Ultraschallbad (temperaturgeregelt).
- **4.4 Pipette**, 1 ml bis 10 ml.
- 4.5 Messkolben, 2 ml.
- **4.6 Festphasenextraktionssystem (SPE)** mit Vakuum-Vorrichtung und Normalphasen-SPE-Kartuschen, zum Beispiel 500 mg/6 ml, z. B. Chromabond-Säulen, Sorptionsmittel: SiOH, 6 ml, 500 mg.
- 4.7 PTFE-Membranfilter.
- 4.8 Gaschromatograph mit massenspektrometrischem Detektor und negativer chemischer lonisierung (GC-ECNI-MS).

5 Chemikalien

Sofern nicht anders festgelegt, sind analysenreine Chemikalien zu verwenden.

5.1 *n*-Hexan, CAS¹)-Nr.: 110-54-3

5.2 Dichlormethan, CAS-Nr.: 75-09-2

5.3 Interne Standardlösung, 1,1,1,3,10,11-Hexachlorundecan, CAS-Nr.: 601523-28-8, 1 000 μg/ml

ANMERKUNG Ein anderer geeigneter interner Standard kann verwendet werden.

5.4 Standardlösungen, SCCP, C₁₀-C₁₃, mit unterschiedlichem Chlorgehalt, jeweils 100 μg/ml:

5.4.1 SCCP C₁₀-C₁₃ 55,5 % CI technische Reinheit

5.4.2 SCCP C₁₀-C₁₃ 63 % CI technische Reinheit

ANMERKUNG Diese SCCP-Kalibrierlösungen sind im Handel erhältlich.

5.5 Stickstoffgas.

6 Probenahme

Die Probenahme ist nach ISO 2418 durchzuführen. Wenn eine Probenahme nach ISO 2418 nicht möglich ist (z. B. wenn das Leder aus Fertigerzeugnissen, wie Schuhen, Bekleidung usw. stammt), müssen die Einzelheiten der Probenahme im Prüfbericht angegeben werden. Klebstoffrückstände müssen mechanisch von den Lederproben entfernt werden.

Die Lederproben sind nach ISO 4044 zu mahlen oder in kleinere Stücke von nicht mehr als 2 mm bis 3 mm zu schneiden.

7 Probenherstellung und Analyse

7.1 Herstellung der SCCP-Kalibrierlösung (50 µg/ml) mit einem Chlorierungsgrad von 59 %

533 μ l der Standardlösung SCCP C₁₀-C₁₃ 55,5 % CI (5.4.1) und 467 μ l der Standardlösung SCCP C₁₀-C₁₃ 63 % CI (5.4.2) werden in einen 2-ml-Messkolben (4.5) pipettiert. 20 μ l der internen Standardlösung (5.3) werden hinzugefügt, und der Kolben wird bis zur Marke mit *n*-Hexan (5.1) aufgefüllt.

Der Kalibrierstandard mit einem Chlorierungsgehalt von 59 % ist zur quantitativen Bestimmung aller Proben, ungeachtet ihres Chlorierungsgrades (sofern bekannt) zu verwenden.

7.2 Extraktion von Leder

Mit der Analysenwaage (4.1) werden (0.5 ± 0.001) g der Lederprobe in das verschließbare Gefäß (4.2) eingewogen. 9,5 ml n-Hexan (5.1) und 100 μ l interner Standard (5.3) werden hinzugefügt, das Gefäß verschlossen und die Lederprobe für (60 \pm 2) min bei 60 °C in einem Ultraschallbad (4.3) extrahiert.

¹⁾ Chemical Abstracts Service.