

SLOVENSKI STANDARD
oSIST prEN ISO 18219-1:2019
01-junij-2019

Usnje - Določevanje kloriranih ogljikovodikov v usnju - 1. del: Kromatografska metoda za kratke verige kloriranih parafinov (SCCP) (ISO/DIS 18219-1:2019)

Leather - Determination of chlorinated hydrocarbons in leather – Part 1: Chromatographic method for short-chain chlorinated paraffins (SCCP) (ISO/DIS 18219-1:2019)

Leder - Bestimmung von chlorierten Kohlenwasserstoffen in Leder - Teil 1: Chromatographisches Verfahren für kurz-kettige Chlorparaffine (SCCP) (ISO/DIS 18219-1:2019)

Cuir - Dosage des hydrocarbures chlorés dans le cuir - Partie 1: Méthode chromatographique pour les paraffines chlorées à chaîne courte (PCCC) (ISO/DIS 18219-1:2019)

Ta slovenski standard je istoveten z: prEN ISO 18219-1

ICS:

59.140.30 Usnje in krzno Leather and furs

oSIST prEN ISO 18219-1:2019 de

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[kSIST FprEN ISO 18219-1:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b92c1b5b-8b9d-4fc4-b9b8-6e2238f2705a/ksist-fpren-iso-18219-1-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b92c1b5b-8b9d-4fc4-b9b8-6e2238f2705a/ksist-fpren-iso-18219-1-2021>

EUROPÄISCHE NORM
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE

ENTWURF
prEN ISO 18219-1

März 2019

ICS 59.140.30

Vorgesehen als Ersatz für EN ISO 18219:2015

Deutsche Fassung

Leder - Bestimmung von chlorierten Kohlenwasserstoffen in Leder - Teil 1: Chromatographisches Verfahren für kurzkettige Chlorparaffine (SCCP) (ISO/DIS 18219-1:2019)

Leather - Determination of chlorinated hydrocarbons in
leather - Part 1: Chromatographic method for short-
chain chlorinated paraffins (SCCP) (ISO/DIS 18219-
1:2019)

Cuir - Dosage des hydrocarbures chlorés dans le cuir -
Partie 1: Méthode chromatographique pour les
paraffines chlorées à chaîne courte (PCCC) (ISO/DIS
18219-1:2019)

Dieser Europäische Norm-Entwurf wird den CEN-Mitgliedern zur parallelen Umfrage 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 von 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 CEN-CENELEC-Management-Zentrum 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, Serbien, 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: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Kurzbeschreibung	6
4 Geräte und Materialien	6
5 Reagenzien	6
6 Probenahme	7
7 Probenvorbereitung und Analyse	7
7.1 Herstellung der SCCP-Kalibrierlösung (50 µg/ml) mit einem Chlorierungsgrad von 59 %	7
7.2 Extraktion von Leder	7
7.3 Aufreinigung	7
7.4 GC-MS-Bestimmung	8
8 Auswertung	8
9 Prüfbericht	8
Anhang A (informativ) Betriebsparameter der chromatographischen Analyse	9
A.1 Empfohlene Bedingungen für die Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-ECNI-MS)	9
A.2 Kalibrierung und Berechnung	9

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 18219-1:2019) wurde vom Technischen Komitee „International Union of Leather Technologists and Chemists Societies (IULTCS)“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 289 „Leder“ erarbeitet, dessen Sekretariat von UNI gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 18219:2015 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 18219-1:2019 wurde von CEN als prEN ISO 18219-1:2019 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ksIST FprEN ISO 18219-1:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b92c1b5b-8b9d-4fc4-b9b8-6e2238f2705a/ksist-fpren-iso-18219-1-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b92c1b5b-8b9d-4fc4-b9b8-6e2238f2705a/ksist-fpren-iso-18219-1-2021>

prEN ISO 18219-1:2019 (D)**Vorwort**

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (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 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. Einzelheiten zu Patentrechten, die während der Erarbeitung des Dokumentes identifiziert werden, werden in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patentdeklarationen (siehe www.iso.org/patents) angegeben.

iTeh STANDARD PREVIEW

Alle in diesem Dokument verwendeten Markennamen stellen eine Information für den Leser dar und stellen keine Anerkennung der selben dar.

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der WTO-Grundsätze zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: Foreword — Supplementary information

ISO 18219 wurde von der Kommission für chemische Prüfungen der „International Union of Leather Technologists and Chemists Societies“ (IUC Commission, IULTCS) in Zusammenarbeit mit dem Europäischen Komitee für Normung (CEN), Technisches Komitee CEN/TC 289, *Leder*, dessen Sekretariat von UNI gehalten wird, gemäß der Vereinbarung über technische Kooperation zwischen ISO und CEN (Wiener Vereinbarung) erarbeitet.

IULTCS wurde 1897 gegründet und ist eine weltweite Organisation professioneller Ledergesellschaften zur Weiterentwicklung der Lederwissenschaft und -technologie. IULTCS besteht aus drei Kommissionen, die für die Festlegung internationaler Verfahren der Probenahme und Prüfung von Leder zuständig sind. ISO erkennt IULTCS als ein internationales Normungsinstitut für die Vorbereitung von Prüfverfahren von Leder an.

Diese Ausgabe von ISO 18219-1 ersetzt die Ausgabe ISO 18219:2015, deren ISO-Norm-Nummer und Titel geändert wurden.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 18219 ist auf der ISO-Internetseite abrufbar.

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

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 (C₁₀–C₁₃) 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, en: Substances of Very High Concern) aufgenommen.

2017 wurden die kurzkettigen Chlorparaffine in Anhang A der Stockholmer Übereinkommen über persistente (langlebige) organische Schadstoffe (POP, en: Persistent Organic Pollutants) angeführt.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ksIST FprEN ISO 18219-1:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b92c1b5b-8b9d-4fc4-b9b8-6e2238f2705a/ksist-fpren-iso-18219-1-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b92c1b5b-8b9d-4fc4-b9b8-6e2238f2705a/ksist-fpren-iso-18219-1-2021>

prEN ISO 18219-1:2019 (D)

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-MS/MS) kann ebenfalls verwendet werden, sofern der Anwender nachgewiesen hat, dass die Messgenauigkeit mit dem des GC-ECNI-MS-Verfahrens gleichwertig ist.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b92c1b5b-8b9d-4fc4-b9b8-6e2238f2705a/ksist-fpren-iso-18219-1-2021>

4 Geräte und Materialien

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b92c1b5b-8b9d-4fc4-b9b8-6e2238f2705a/ksist-fpren-iso-18219-1-2021>

Übliche Laborgeräte und insbesondere 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 Maßvolumen.

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 und massenselektiver Detektor mit chemischer Ionisation (GC-ECNI-MS).**

5 Reagenzien

Wenn nicht anders festgelegt, sind analysenreine Chemikalien zu verwenden.

5.1 *n*-Hexan, CAS-Nr.¹: 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 % Cl, technische Reinheit.

5.4.2 SCCP C₁₀–C₁₃ 63 % Cl, 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 Details 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 Probenvorbereitung und Analyse

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

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

Der Kalibrierstandard mit einem Chlorgehalt 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. 9,9 ml *n*-Hexan (5.1) und 100 µl interner Standard (5.3) werden hinzugefügt, das Gefäß verschlossen und die Lederprobe für (60 ± 2) min bei 60 °C in einem Ultraschallbad (4.3) extrahiert.

7.3 Aufreinigung

Die SPE-Kartuschen (4.6) werden mit 2 ml *n*-Hexan (5.1) je 100 mg Sorptionsmittel konditioniert. Während und nach der Konditionierung dürfen die Kartuschen nicht trocken laufen. Die Extraktionslösung (7.2) wird auf die Kartusche dekantiert, und das Eluat in einem neuen Gefäß aufgefangen. Die Kartusche wird mit 5 ml eines Gemisches aus *n*-Hexan (5.1) und Dichlormethan (5.2) im Verhältnis 50 : 50 (V/V) gespült und die Spüllösung im gleichen Gefäß wie das Eluat aufgefangen. Diese vereinigte Lösung wird in einem leichten Stickstoffstrom auf 1,0 ml reduziert, durch eine PTFE-Filtermembran (4.7) filtriert und in ein GC-MS-Vial überführt.

1 Chemical Abstracts Service.

prEN ISO 18219-1:2019 (D)

7.4 GC-MS-Bestimmung

Die Lösung wird mit GC-ECNI-MS (4.8) analysiert. Anhang A enthält ein Beispiel für eine geeignete GC-ECNI-MS-Analyse.

8 Auswertung

Peakflächen aus den vier Quantifizierungsmassen des Standards werden addiert und mit der Standardkonzentration gleichgesetzt. Die Peakflächen der Proben werden ebenfalls addiert, und die Konzentration wird mit dem Response des Standards berechnet.

Nach jeder zehnten Probe und am Ende der Prüfreihe wird ein Kalibrierstandard als Kontrollstandard zur Überprüfung der Linearität des analytischen Systems analysiert. Die Abweichung in Bezug auf den Kalibrierstandard sollte innerhalb von $\pm 20\%$ sein; anderenfalls ist das analytische System vor dem Wiederholen der Analyse zu überprüfen.

Der Probenextrakt sollte immer auf den Konzentrationsbereich des Standards verdünnt werden.

Die Integration der Proben muss im Retentionszeitfenster des Standards durchgeführt werden.

Der Gehalt an kurzkettigen Chlorparaffinen in Leder wird nach Gleichung (1) als Massenanteil w , in mg/kg, berechnet:

$$w = \frac{A_{SCCP-S} \cdot c_{SCCP-Std} \cdot V}{A_{SCCP-Std} \cdot m_S} \cdot \frac{A_{int.Std}}{A_{int.S}} \cdot \frac{c_{int.S}}{c_{int.Std}} \quad (1)$$

Dabei ist

A_{SCCP-S}	die Summe der Peakflächen von SCCP in der Probe;
$A_{SCCP-Std}$	die Summe der Peakflächen von SCCP im Kalibrierstandard;
$c_{SCCP-Std}$	die Konzentration von SCCP im Kalibrierstandard [$\mu\text{g}/\text{ml}$];
V	das Endvolumen [ml];
m_S	die Masse der Probe [g];
$A_{int.Std}$	die Peakfläche des internen Standards im Kalibrierstandard;
$A_{int.S}$	die Peakfläche des internen Standards in der Probe;
$c_{int.S}$	die Konzentration des internen Standards in der Probe [$\mu\text{g}/\text{ml}$];
$c_{int.Std}$	die Konzentration des internen Standards im Kalibrierstandard [$\mu\text{g}/\text{ml}$].

9 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss mindestens Folgendes enthalten:

- eine Verweisung auf diese Internationale Norm, d. h. ISO 18219-1;
- alle Einzelheiten, die für die vollständige Identifizierung der geprüften Probe erforderlich sind;
- angewendetes Extraktionsverfahren (7.2);
- Gehalt an extrahierten SCCP (C_{10} – C_{13}), in mg/kg;
- alle vereinbarten oder sonstigen Abweichungen von dem festgelegten Verfahren.