

**SLOVENSKI STANDARD**  
**oSIST prEN ISO 18219-2:2019**  
**01-september-2019**

---

**Usnje - Določevanje kloriranih ogljikovodikov v usnju - 2. del: Kromatografska metoda za klorirane parafine srednje verige (MCCP) (ISO/DIS 18219-2:2019)**

Leather - Determination of chlorinated hydrocarbons in leather – Part 2: Chromatographic method for middle-chain chlorinated paraffins (MCCP) (ISO/DIS 18219-2:2019)

Leder - Bestimmung von chlorierten Kohlenwasserstoffen in Leder - Teil 2: Chromatographisches Verfahren für mittelkettige chlorierte Paraffine (MCCP) (ISO/DIS 18219-2:2019)

Cuir - Dosage des hydrocarbures chlorés dans le cuir - Partie 2: Méthode chromatographique pour les paraffines chlorées à chaîne moyenne (PCCM) (ISO/DIS 18219-2:2019)

**Ta slovenski standard je istoveten z: prEN ISO 18219-2**

---

**ICS:**

59.140.30 Usnje in krzno Leather and furs

**oSIST prEN ISO 18219-2:2019 de**

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[kSIST FprEN ISO 18219-2:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/738b30de-19bd-41a0-b3c0-ac3708f5107a/ksist-fpren-iso-18219-2-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/738b30de-19bd-41a0-b3c0-ac3708f5107a/ksist-fpren-iso-18219-2-2021>

EUROPÄISCHE NORM  
EUROPEAN STANDARD  
NORME EUROPÉENNE

ENTWURF  
prEN ISO 18219-2

Juli 2019

ICS 59.140.30

Deutsche Fassung

Leder - Bestimmung von chlorierten Kohlenwasserstoffen in  
Leder - Teil 2: Chromatographisches Verfahren für  
mittelkettige chlorierte Paraffine (MCCP) (ISO/DIS 18219-  
2:2019)

Leather - Determination of chlorinated hydrocarbons in  
leather - Part 2: Chromatographic method for middle-  
chain chlorinated paraffins (MCCP) (ISO/DIS 18219-  
2:2019)

Cuir - Dosage des hydrocarbures chlorés dans le cuir -  
Partie 2: Méthode chromatographique pour les  
paraffines chlorées à chaîne moyenne (PCCM) (ISO/DIS  
18219-2:2019)

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, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, 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 Begriffe .....	6
4 Kurzbeschreibung .....	6
5 Geräte und Materialien .....	6
6 Reagenzien .....	7
7 Probenahme .....	7
8 Probenvorbereitung und Analyse .....	7
8.1 Herstellung der MCCP-Kalibrierlösung (50 µg/ml) mit einem Chlorierungsgrad von 55 % .....	7
8.2 Extraktion von Leder .....	8
8.3 Aufreinigung .....	8
8.3.1 SPE-Aufreinigung .....	8
8.3.2 Schwefelsäure-Aufreinigung .....	8
8.4 GC-MS-Bestimmung .....	8
9 Auswertung .....	8
10 Störungen .....	9
11 Prüfbericht .....	9
Anhang A (informativ) Betriebsparameter der chromatographischen Analyse .....	10
A.1 Empfohlene Bedingungen für die Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-ECNI-MS) .....	10
A.2 Kalibrierung und Berechnung .....	10

## Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 18219-2:2019) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 289 „Leder“, dessen Sekretariat von UNI gehalten wird, in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee „International Union of Leather Technologists and Chemists Societies (IULTCS)“ erarbeitet.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

### Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 18219-2:2019 wurde von CEN als prEN ISO 18219-2:2019 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ksIST FprEN ISO 18219-2:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/738b30de-19bd-41a0-b3c0-ac3708f5107a/ksist-fpren-iso-18219-2-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/738b30de-19bd-41a0-b3c0-ac3708f5107a/ksist-fpren-iso-18219-2-2021>

**prEN ISO 18219-2:2019 (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 Regeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe [www.iso.org/directives](http://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](http://www.iso.org/patents)) angegeben.

**iTeh STANDARD PREVIEW**

Alle in diesem Dokument verwendeten Markennamen stellen Informationen für den Leser dar und stellen keine Anerkennung derselben dar.

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) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, siehe [www.iso.org/iso/foreword.html](http://www.iso.org/iso/foreword.html).

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.

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](http://www.iso.org/members.html) zu finden.

## Einleitung

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

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ksIST FprEN ISO 18219-2:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/738b30de-19bd-41a0-b3c0-ac3708f5107a/ksist-fpren-iso-18219-2-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/738b30de-19bd-41a0-b3c0-ac3708f5107a/ksist-fpren-iso-18219-2-2021>

**prEN ISO 18219-2:2019 (D)****1 Anwendungsbereich**

Diese Internationale Norm legt ein chromatographisches Verfahren zur Bestimmung der in verarbeitetem und nicht verarbeitetem Leder vorkommenden mittelkettigen Chlorparaffine (MCCP) C<sub>14</sub>–C<sub>17</sub> fest.

Anhang A dient nur der Information.

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

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

**3 Begriffe**

Es werden keine Begriffe in diesem Dokument angegeben.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <http://www.iso.org/obp>  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/738b30de-19bd-41a0-b3c0-ac3708f5107a/ksist-fpren-iso-18219-2-2021>

**4 Kurzbeschreibung**

Die Lederprobe wird für 60 min in einem Ultraschallbad mit *n*-Hexan bei 60 °C extrahiert. Nach SPE-Aufreinigung wird dann ein Aliquot mit einem Gaschromatographen analysiert, der an einen massenselektiven Detektor mit chemischer Ionisation (GC-ECNI-MS) angebracht ist.

Ein Flüssigchromatographiesystem mit 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.

**5 Geräte und Materialien**

Übliche Laborgeräte und insbesondere die Folgenden:

**5.1 Analysenwaage.**

**5.2 Verschließbares Gefäß,** mit Deckel, 20 ml, zur Extraktion mit *n*-Hexan geeignet.

**5.3 Ultraschallbad,** (temperaturgeregelt).

**5.4 Pipette,** 1 ml bis 10 ml Maßvolumen.

**5.5 Messkolben,** 2 ml.

**5.6 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.

**5.7 PTFE-Membranfilter.**

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

## 6 Reagenzien

Wenn nicht anders festgelegt, sind analysenreine Chemikalien zu verwenden.

**6.1 *n*-Hexan**, CAS-Nr.<sup>1</sup>: 110-54-3.

**6.2 Dichlormethan**, CAS-Nr.: 75-09-2.

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

ANMERKUNG Ein anderer geeigneter interner Standard, z. B. Lindan, kann verwendet werden.

**6.4 Standardlösungen, MCCP, C<sub>14</sub>–C<sub>17</sub>**, mit unterschiedlichem Chlorgehalt, jeweils 100 µg/ml:

**6.4.1 MCCP C<sub>14</sub>–C<sub>17</sub> 52 % Cl**, technische Reinheit.

**6.4.2 MCCP C<sub>14</sub>–C<sub>17</sub> 57 % Cl**, technische Reinheit.

ANMERKUNG Diese MCCP-Kalibrierlösungen sind im Handel erhältlich.

**6.5 Stickstoffgas.**

[ksIST FprEN ISO 18219-2:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/738b30de-19bd-41a0-b3c0-ac3708f5107a/ksist-fpren-iso-18219-2-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/738b30de-19bd-41a0-b3c0-ac3708f5107a/ksist-fpren-iso-18219-2-2021>

## 7 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 zu schneiden.

## 8 Probenvorbereitung und Analyse

### 8.1 Herstellung der MCCP-Kalibrierlösung (50 µg/ml) mit einem Chlorierungsgrad von 55 %

400 µl der Standardlösung MCCP C<sub>14</sub>–C<sub>17</sub> 52 % Cl (6.4.1) und 600 µl der Standardlösung MCCP C<sub>14</sub>–C<sub>17</sub> 57 % Cl (6.4.2) werden in einen 2-ml-Messkolben (5.5) transferiert. 20 µl der internen Standardlösung (6.3) werden hinzugefügt, und der Kolben wird bis zur Marke mit *n*-Hexan (6.1) aufgefüllt.

Der Kalibrierstandard mit einem Chlorgehalt von 55 % ist zur quantitativen Bestimmung aller Proben, ungeachtet ihres Chlorierungsgrades (sofern bekannt), zu verwenden.

---

1 Chemical Abstracts Service.

## prEN ISO 18219-2:2019 (D)

### 8.2 Extraktion von Leder

Mit der Analysenwaage (5.1) werden  $(0,5 \pm 0,001)$  g der Lederprobe in das verschließbare Gefäß (5.2) eingewogen. 9,9 ml *n*-Hexan (6.1) und 100 µl interner Standard (6.3) werden hinzugefügt, das Gefäß verschlossen und die Lederprobe für  $(60 \pm 2)$  min bei  $(60 \pm 2)^\circ\text{C}$  in einem Ultraschallbad (5.3) extrahiert.

### 8.3 Aufreinigung

Bei Proben mit komplexen Matrices kann es notwendig sein, die Proben vor der Analyse aufzureinigen. Die beiden folgenden Aufreinigungsschritte sind geeignet.

#### 8.3.1 SPE-Aufreinigung

Die SPE-Kartuschen (5.6) werden mit 2 ml *n*-Hexan (6.1) je 100 mg Sorptionsmittel konditioniert. Während und nach der Konditionierung dürfen die Kartuschen nicht trocken laufen. Die Extraktionslösung (8.2) wird auf die Kartusche dekantiert, und das Eluat in einem neuen Gefäß aufgefangen. Die Kartusche wird mit 5 ml eines Gemisches aus *n*-Hexan (6.1) und Dichlormethan (6.2) 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 (5.7) filtriert und in ein GC-MS-Gefäß überführt.

#### 8.3.2 Schwefelsäure-Aufreinigung

5 ml der extrahierten Hexanlösung sollten in einem dichten verschließbaren Gefäß aliquotiert und mit 1 ml Schwefelsäure versetzt werden, worauf das Gefäß für 20 min geschüttelt wird. Nach der Phasentrennung (wahlweise Zentrifugieren) wird 1 ml der Hexanphase für die Analyse genommen.

### 8.4 GC-MS-Bestimmung

Die Lösung wird mit GC-ECNI-MS (5.8) analysiert. Anhang A enthält ein Beispiel für eine geeignete GC-ECNI-MS-Analyse.

## 9 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 mittelkettigen Chlorparaffinen in Leder wird nach Gleichung (1) als Massenanteil  $w$ , in mg/kg, berechnet:

$$w = \frac{A_{MCCP-S} \times C_{MCCP-Std} \times V}{A_{MCCP-Std} \times m_S} \times \frac{A_{int.Std}}{A_{int.S}} \times \frac{C_{int.S}}{C_{int.Std}} \quad (1)$$