

DIN 54439

ICS 59.060.20

Textilien –**Methoden zur Bestimmung von N,N-Dimethylacetamid (DMAc) und N,N-Dimethylformamid (DMF) in Chemiefasern aus Polyacrylnitril, Polyurethan und aromatischen Polyamiden****Textiles –**

Methods for the determination of N-N-dimethylacetamide (DMAc) and N,N-dimethylformamide (DMF) in man-made fibres of polyacrylonitrile, polyurethane and aromatic polyamide fibres

Textiles –

Méthodes de détermination de N,N-diméthylacétamide (DMAc) et de N,N-diméthylformamide (DMF) dans des textiles chimiques de polyacrylonitrile, de polyuréthane et des polyamides aromatiques

Gesamtumfang 39 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich.....	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Abkürzungen.....	7
5 Kurzbeschreibung.....	7
6 Störungen	8
6.1 Probenaufarbeitung	8
6.2 Gaschromatographische Bestimmung.....	8
7 Probenahme	8
7.1 Chemiefasern während der Herstellung.....	8
7.2 Chemiefasern in verpackter oder zählbarer Form	9
8 Durchführung.....	9
8.1 Methodenübersicht.....	9
8.2 Reagenzien und Geräte.....	9
8.3 Probenvorbereitung.....	10
8.4 Kalibrierung	10
8.5 Berechnung der Ergebnisse.....	10
9 Prüfbericht.....	10
Anhang A (normativ) Option A — Auflösen der Faser in DMSO — Geeignet für Polyacrylnitril und aromatisches Polyamid (Aramid).....	11
A.1 Reagenzien.....	11
A.2 Geräte.....	12
A.3 Durchführung der Prüfung	12
A.3.1 Probenvorbereitung.....	12
A.3.2 Kalibrierung über das Gesamtverfahren.....	13
A.3.3 Berechnung der Ergebnisse.....	13
A.3.4 Konversion der Ergebnisse.....	14
Anhang B (normativ) Option B — Multiple-Headspace-Extraktion — Geeignet für Polyurethan (Elastan).....	15
B.1 Reagenzien.....	15
B.2 Geräte.....	15
B.3 Durchführung der Prüfung	16
B.3.1 Probenvorbereitung.....	16
B.3.2 Herstellung der Kalibrierproben.....	16
B.3.3 Kalibrierung über das Gesamtverfahren.....	16
B.3.4 Berechnung der Ergebnisse.....	17
Anhang C (normativ) Option C — Extraktion der Faser mit Wasser — Geeignet für Polyacrylnitril und Polyurethan (Elastan).....	18
C.1 Reagenzien.....	18
C.2 Geräte.....	20

C.3	Durchführung der Prüfung	20
C.3.1	Probenvorbereitung.....	20
C.3.2	Kalibrierung über das Gesamtverfahren.....	21
C.3.3	Berechnung der Ergebnisse.....	21
C.3.4	Konversion der Ergebnisse.....	22
Anhang D (normativ) Option D — Extraktion der Faser mit Methanol — Geeignet für aromatisches Polyamid (Aramid)		23
D.1	Reagenzien.....	23
D.2	Geräte.....	24
D.3	Durchführung der Prüfung	25
D.3.1	Probenvorbereitung.....	25
D.3.2	Kalibrierung über das Gesamtverfahren.....	25
D.3.3	Berechnung der Ergebnisse.....	26
D.3.4	Konversion der Ergebnisse.....	26
Anhang E (informativ) Verfahrenskenndaten		27
E.1	Ringversuchsergebnisse	27
E.1.1	Allgemeines	27
E.1.2	Faserproben aus Polyacrylnitril	27
E.1.3	Faserprobe aus Polyurethan (Elastan).....	29
E.1.4	Faserprobe aus Aramid	29
E.1.5	Beispiele für nicht geeignete Probenaufarbeitungen	30
Anhang F (informativ) Beispiele für GC-Kapillarsäulen		32
Anhang G (informativ) Beispiele für chromatographische Bedingungen		33
G.1	Option A — Auflösen der Faser in DMSO, GC-NPD mit Headspace-Aufgabe	33
G.2	Option B — Multiple-Headspace-Extraktion, GC-FID	35
G.3	Option C — Extraktion mit Wasser, GC-FID mit Flüssigaufgabe.....	37
G.4	Option D — Extraktion mit Methanol im Ultraschallbad, HPLC mit UV-Detektion	38
Literaturhinweise.....		39

Vorwort

Diese Norm wurde durch den Arbeitsausschuss NA 062-05-12 AA „Textilchemische Prüfverfahren und Fasertrennung“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP) erarbeitet.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Einleitung

Allgemeines

Ausgelöst durch die Verordnung (EG) Nr. 1907/2006 des Europäischen Parlaments und des Rates vom 18. Dezember 2006 zur Registrierung, Bewertung, Zulassung und Beschränkung chemischer Stoffe (REACH), zur Schaffung einer Europäischen Chemikalienagentur, zur Änderung der Richtlinie 1999/45/EG und zur Aufhebung der Verordnung (EWG) Nr. 793/93 des Rates, der Verordnung (EG) Nr. 1488/94 der Kommission, der Richtlinie 76/769/EWG des Rates sowie der Richtlinien 91/155/EWG, 93/67/EWG, 93/105/EG und 2000/21/EG der Kommission wird die Etablierung von Analysemethoden zur Bestimmung von Inhaltsstoffen in Erzeugnissen immer notwendiger.

Mit Blick auf das im Jahr 2013 laufende REACH-Autorisierungsverfahren von N,N-Dimethylacetamid (DMAc) und N,N-Dimethylformamid (DMF), welche als Lösemittel zur Herstellung von Chemiefasern aus Polyacrylnitril, Polyurethan und aromatischen Polyamiden (Aramiden) Verwendung finden, leitet sich die Dringlichkeit zur Erstellung einer Analysemethode zur quantitativen Bestimmung von DMAc und DMF in diesen Chemiefasern ab, weil die Höhe dessen Anteils in Erzeugnissen u. U. gesetzlich verankerte Berichtspflichten auslöst.

Das in dieser Norm beschriebene Verfahren soll die bislang in vielen Produktionsstätten verwendeten unterschiedlichen Analysenverfahren vereinheitlichen und dazu beitragen, die im Markt vorhandenen Unsicherheiten hinsichtlich des Gehaltes an DMAc und DMF in Chemiefasern zu beseitigen. Gleichzeitig soll diese Norm dazu beitragen, den Verbraucherschutz dadurch zu erhöhen, dass auf der Basis dieser Norm der Gehalt von DMAc und DMF in importierten Chemiefasern verlässlich bestimmt werden kann.

Zielsetzung

Dieses Dokument soll auf der Basis der Guten Laborpraxis (GLP) ¹⁾ die Grundlage für die quantitative Bestimmung des Gesamtgehaltes von N,N-Dimethylacetamid (DMAc) und N,N-Dimethylformamid (DMF) in Chemiefasern sein.

¹⁾ zu beziehen auf <http://www.oecd.org>

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt Analyseverfahren fest, die bei der quantitativen Bestimmung des Gesamtgehaltes von N,N-Dimethylacetamid (DMAc) und N,N-Dimethylformamid (DMF) in Chemiefasern aus Polyacrylnitril (PAN), Polyurethan (Elastan, EL) und aromatischen Polyamiden (Aramid, AR) Anwendung finden.

Die untere Bestimmungsgrenze von DMAc und DMF in den genannten Chemiefasern liegt bei den nachfolgend beschriebenen Methoden bei 0,01 % (Massenanteil).

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).

DIN 32645, *Chemische Analytik — Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze unter Wiederholbedingungen — Begriffe, Verfahren, Auswertung*

DIN EN ISO 1042, *Laborgeräte aus Glas — Messkolben*

DIN EN ISO 648, *Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

GLP Good Laboratory Practice Guide: RICHTLINIE 2004/10/EG DES EUROPÄISCHEN PARLAMENTS UND DES RATES vom 11. Februar 2004 zur Angleichung der Rechts- und Verwaltungsvorschriften für die Anwendung der Grundsätze der Guten Laborpraxis und zur Kontrolle ihrer Anwendung bei Versuchen mit chemischen Stoffen (kodifizierte Fassung)

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Gesamtgehalt

vollständiger Gehalt, der in einer Faserprobe enthalten ist

3.2

Prüfbericht

Bericht, in dem eine analytische Prüfung dokumentiert wird

3.3

Stichprobe

Teilmenge einer Grundgesamtheit, die unter bestimmten Gesichtspunkten ausgewählt wurde

3.4

Karde

Maschine, die Faserflocken mit Nadeln bzw. Häkchen auflöst und ein Vlies oder ein Kardenband erzeugt

3.5

Krempel

Maschine, die Faserflocken auflöst und ein Vlies oder ein Krempelband erzeugt

3.6**Chemiefaser**

Faser, die mit chemisch-technischen Verfahren aus natürlichen oder synthetischen Polymeren hergestellt ist

3.7**Container**

genormter Großraumbehälter aus Stahl

Anmerkung 1 zum Begriff: z. B. Seefracht-Container.

4 Abkürzungen

DMF	N,N-Dimethylformamid, CAS 68-12-2, kann auch als DMFa bzw. DMFo abgekürzt werden
DMAc	N,N-Dimethylacetamid, CAS 127-19-5
DEAc	N,N-Diethylacetamid, CAS 685-91-6
DMPA	N,N-Dimethylpropionamid, CAS 758-96-3
DMSO	Dimethylsulfoxid, CAS 67-68-5
PAN	Polyacrylnitril
EL	Elastan
AR	Aramid
GC	Gaschromatograph
FID	Flammenionisationsdetektor
NPD	Stickstoff-Phosphor-Detektor
MS	Massenspektrometer
ISTD	interner Standard
CAS	Chemical Abstracts System
HS	Headspace
MHE	Multiple-Headspace-Extraktion
HPLC	Hochdruck-Flüssigkeitschromatographie

5 Kurzbeschreibung

Produktionstechnisch bedingt verbleiben in Chemiefasern aus Polyacrylnitril, Polyurethan und aromatischen Polyamiden (Aramid) geringe Reste an Lösemittel. Abhängig vom Herstellungsprozess der Fasern handelt es sich um N,N-Dimethylacetamid (DMAc) oder N,N-Dimethylformamid (DMF). Im Fall von Faser-mischungen unterschiedlichen Ursprungs können beide Lösemittel gleichzeitig vorliegen.

Für die Bestimmung der enthaltenen Restlösemittel ist es erforderlich, diese aus der Fasermatrix zu lösen. Abhängig von der vorliegenden Chemiefaser sind hierfür unterschiedliche Aufarbeitungsarten anzuwenden. Einen Überblick über die Möglichkeiten der Probenvorbereitung gibt die Tabelle 1.

Tabelle 1 — Optionen der Probenvorbereitung

Option A	Auflösen der Faser (DMSO)
Option B	MHE
Option C	Extraktion mit Wasser
Option D	Extraktion mit Methanol

Für das Auflösen von Fasern aus Polyacrylnitril und aromatischen Polyamid hat sich Dimethylsulfoxid (DMSO) als geeignetes Lösemittel erwiesen. Neben den zu bestimmenden Verbindungen existieren nur wenige Lösemittel, welche in der Lage sind, die genannten Chemiefasern auflösen zu können.

6 Störungen

6.1 Probenaufarbeitung

Bei der Extraktion können Abweichungen von den genannten Bedingungen Minderbefunde verursachen. Die Wahl des Lösemittels, die Extraktionsdauer und die Extraktionstemperatur sind von großer Bedeutung.

Bei der Aufarbeitung nach Option A ist es erforderlich, die Fasern vor der Messung vollständig aufzulösen.

6.2 Gaschromatographische Bestimmung

Es ist notwendig, die Betriebsbedingungen nach den Anweisungen des Geräteherstellers einzustellen. Diese Einstellungen sind regelmäßig zu prüfen. Allgemeine Störungen, die durch das Injektionssystem begründet sind, können aufgrund spezieller Laborerfahrung und unter Zuhilfenahme der zum Gerät gehörenden Betriebsanleitung beseitigt werden.

Substanzen mit ungenügender Trennung von den Analyten oder dem internen Standard können die Bestimmung stören. Durch die Verwendung spezifisch messender Detektoren (z. B. NPD oder MS) kann dieser Umstand verringert oder beseitigt werden. Es wird empfohlen, eine der im Anhang F genannten Trennsäulen auszuwählen.

Es ist erforderlich, die verwendeten Septen der Headspace-Vials auf deren Eignung zu prüfen.

In Verbindung mit bestimmten Glaslinern kann es, bei der Verwendung von Alkoholen oder N,N-Dimethylpropionamid (als interner Standard), zu einer Zerstörung der Desaktivierungsschicht (Polysiloxan) kommen. Dies kann Adsorptionen und Überlagerungen des Detektors verursachen. Es wird empfohlen, in einem solchen Fall auf N,N-Diethylacetamid als internen Standard auszuweichen oder einen anderen Typ Liner einzusetzen.

Beim Einsatz eines Massenspektrometers bietet sich die Verwendung eines deuterierten Analyten als interner Standard an.

Die Stabilität des Analysensystems ist regelmäßig mit Lösungen bekannter Konzentration und Zusammensetzung zu überprüfen. Dies kann z. B. auch durch eine Standard-Addition bei realen Proben erfolgen.

7 Probenahme

7.1 Chemiefasern während der Herstellung

Es ist erforderlich, dass die zu analysierende Probe repräsentativ für die zu bewertende Gesamtheit ist. Es ist nicht möglich, nur ein einziges Verfahren zur Probenahme festzulegen. Die Art in der die Proben vorliegen und die Möglichkeiten der Probenahme unterscheiden sich hierfür zu stark.

Es werden Stichproben an geeigneter Stelle aus dem Herstellungsprozess entnommen. Es wird empfohlen, die Probenahme direkt vor dem Prozessschritt der Verpackung und in einer für den Prozess aussagekräftigen Größe durchzuführen. In der Regel wird die Stichprobe nachfolgend mit einem mechanischen Verfahren homogenisiert. Dies kann z. B. durch eine Krempel oder eine Karde erfolgen.

7.2 Chemiefasern in verpackter oder zählbarer Form

Bei Chemiefasern, die in verpackter Form oder in zählbaren Einheiten (z. B. Faserballen, Kartons oder Spulen) vorliegen, wird wie folgt vorgegangen.

Von jeder Lieferung sind insgesamt zehn Proben zu nehmen. Falls die Lieferung aus mehreren Containern besteht, werden die zehn Proben gleichmäßig über die Container verteilt genommen. Ab einer Liefergröße von sechs Containern sind insgesamt 20 Einzelproben zu entnehmen, um die Lieferung beurteilen zu können. Ab 10 Containern werden weiterhin 20 Einzelproben genommen, dabei aber nicht mehr als 10 Container beprobt. Erfolgt die Anlieferung statt in Containern mit Lastkraftwagen, so zählt jeder Lastkraftwagen als ein Container.

Im Fall von Elastan-Spulen (Polyurethan) wird empfohlen, die Probe vom inneren Teil der Spule zu nehmen und dabei rund zwei Drittel von der Außenseite der Spule zu verwerfen. Die Proben sind luftdicht zu verschließen. Die Probenaufarbeitung ist zeitnah durchzuführen.

Das Gewicht der Einzelproben wird in der Regel an die vorgesehene Probenaufarbeitung angepasst. Bei Aufarbeitungen mittels Extraktion sind üblicherweise Probenmengen von fünf bis zehn Gramm erforderlich. Es wird in den anderen Fällen empfohlen, eine Masse von etwa zwei Gramm während der Probenahme nicht zu unterschreiten. Aus dieser Probe wird im Anschluss eine Teilprobe gleichmäßig verteilt entnommen und aufgearbeitet.

8 Durchführung

8.1 Methodenübersicht

Diese Norm beschreibt insgesamt vier verschiedene Möglichkeiten für die Bestimmung der Analyten in Chemiefasern. Der Übersicht wegen wird ein Kurzüberblick gegeben.

Es ist zu beachten, dass die beschriebenen Verfahren nur jeweils für bestimmte Arten von Chemiefasern einsetzbar sind. Einen Überblick gibt die Tabelle 2.

Tabelle 2 — Methodenübersicht

Vorliegende Faserart	Anhang A Auflösen der Faser (DMSO)	Anhang B MHE	Anhang C Extraktion mit Wasser	Anhang D Extraktion mit Methanol
Polyacrylnitril	geeignet	nicht geeignet	geeignet	nicht geeignet
Polyurethan (Elastan)	nicht geeignet	geeignet	geeignet	nicht geeignet
aromatisches Polyamid (Aramid)	geeignet	nicht geeignet	nicht geeignet	geeignet

8.2 Reagenzien und Geräte

Als Reagenzien werden nur solche mit Reinheitsgrad „zur Analyse“ oder „zur Rückstandsanalyse“ verwendet, soweit diese erhältlich sind. Die Eignung aller verwendeten Chemikalien ist zu prüfen.

Die Bestimmung erfolgt in der Regel über Gaschromatographie mit Kapillarsäule. In Abhängigkeit von der gewählten Probenvorbereitung kann zwischen einer Headspace-Technik oder Flüssigaufgabe gewählt

werden. Es ist zulässig, die reine Detektion auch auf eine andere geeignete Weise durchzuführen. Insbesondere im Fall der Methanol-Extraktion ist alternativ eine Bestimmung mittels HPLC möglich.

Die genaue Beschreibung der notwendigen Reagenzien und der erforderlichen Geräte befindet sich jeweils in Anhang A bis Anhang D. Beispiele für geeignete chromatographische Bedingungen und Kapillarsäulen sind in Anhang G und Anhang F aufgeführt.

8.3 Probenvorbereitung

Diese Norm beschreibt in vier Anhängen unterschiedliche Möglichkeiten der Probenaufarbeitung. Die Faser wird entweder in dem Lösemittel Dimethylsulfoxid (DMSO) aufgelöst, direkt in einem Headspace-Vial thermisch ausgeheizt oder mit Hilfe eines Lösemittels extrahiert. Bei allen drei Arten von Chemiefasern (Polyacrylnitril, Elastan und Aramid) stehen zwei unterschiedliche Arten der Probenvorbereitung zur Auswahl. Einen Überblick über die geeigneten Verfahren gibt die Tabelle 2 in 8.1.

Die genaue Vorgehensweise bei der Probenvorbereitung ist in Anhang A bis Anhang D beschrieben.

8.4 Kalibrierung

Es wird empfohlen, eine Kalibrierung mit interner Standardisierung zu verwenden. Fehler bei der Probeninjektion oder systematische Fehler bei der Probenaufarbeitung können auf diese Weise korrigiert oder verringert werden. Der gewählte interne Standard darf dabei nicht selbst in der zu untersuchenden Probe enthalten sein. Es ist notwendig, dass in allen Probelösungen die gleiche Konzentration des internen Standards vorliegt, wie bei den verwendeten Bezugslösungen.

Es ist zugelassen, von der angegebenen Kalibrierung abzuweichen. Es ist jedoch erforderlich, dass die verwendete Kalibrierung den Grundsätzen der Norm DIN 32645 entspricht. Es ist zulässig, eine externe Kalibrierung zu verwenden. Der kalibrierte Bereich wird in der Regel so gewählt, dass die sichere Überwachung des Grenzwertes gewährleistet ist und zugleich die zu erwartenden Gehalte in den Faserproben quantifiziert werden können. Weiterhin sind die Grundsätze der Guten Laborpraxis, nach der Richtlinie 2004/10/EG, zu beachten.

Die ausführliche Beschreibung der Kalibrierung ist in Anhang A bis Anhang D aufgeführt.

8.5 Berechnung der Ergebnisse

Die Berechnung erfolgt durch die Analysenfunktion der Kalibrierung. Falls die Analysenfunktion nicht Werte in der Einheit Prozent liefert, hat eine Konversion dieser Analysenwerte zu erfolgen. Die genaue Beschreibung für die Berechnung der Analysenergebnisse und die Umrechnung in die Einheit Prozent befindet sich in Anhang A bis Anhang D.

9 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss mindestens folgende Angaben enthalten:

- a) Verweisung auf diese Norm unter Nennung des verwendeten Anhangs für die Probenaufarbeitung und die eingesetzte Art der Detektion;
- b) Identität der Probe;
- c) Angaben zur Probenahme;
- d) Ergebnisangabe in Prozent mit zwei Nachkommastellen;
- e) jede Abweichung von diesem Verfahren und Angabe aller Umstände, die gegebenenfalls das Ergebnis beeinflusst haben können.

Anhang A (normativ)

Option A — Auflösen der Faser in DMSO — Geeignet für Polyacrylnitril und aromatisches Polyamid (Aramid)

A.1 Reagenzien

A.1.1 Chemikalien.

A.1.1.1 Dimethylsulfoxid, CAS 67-68-5.

A.1.1.2 N,N-Dimethylacetamid, CAS 127-19-5.

A.1.1.3 N,N-Dimethylformamid, CAS 68-12-2.

A.1.2 Lösungen — Interner Standard, Beispiele für gut geeignete interne Standards sind nachfolgend angegeben.

BEISPIEL N,N-Dimethylpropionamid, CAS 758-96-3; N,N-Diethylacetamid, CAS 685-91-6; N,N-Dimethylformamid-d7, deuteriert, CAS 4472-41-7; N,N-Dimethylacetamid-d9, deuteriert, CAS 16727-10-9.

A.1.2.1 Interner Standard — Stammlösung (1 000 mg/l), z. B. in einen 500-ml-Messkolben DMSO vorlegen. Mit einer Pasteur-Pipette 500 mg der gewählten Substanz exakt einwiegen. Den Messkolben mit DMSO bis zur Marke auffüllen, mit einem Schliffstopfen aus Glas verschließen und vorsichtig schütteln.

A.1.2.2 Interner Standard — Arbeitslösung (250 mg/l), **für die Bezugslösungen**, z. B. in einen 500-ml-Messkolben DMSO vorlegen. Mit Vollpipetten 125 ml der Stammlösung des internen Standards hinzu pipettieren. Den Messkolben mit DMSO bis zur Marke auffüllen, mit einem Schliffstopfen aus Glas verschließen und vorsichtig schütteln.

A.1.2.3 Interner Standard — Arbeitslösung (25 mg/l), **für die Probenaufarbeitung**, z. B. in einen 1 000-ml-Messkolben DMSO vorlegen. Mit einer Vollpipette 25 ml der Stammlösung des internen Standards hinzu pipettieren. Den Messkolben mit DMSO bis zur Marke auffüllen, mit einem Schliffstopfen aus Glas verschließen und vorsichtig schütteln.

A.1.2.4 Zielverbindungen — Stammlösung (1 000 mg/l), z. B. in einen 500-ml-Messkolben DMSO vorlegen. Mit einer Pasteur-Pipette 500 mg DMAc und 500 mg DMF exakt in den Kolben einwiegen. Den Messkolben mit DMSO bis zur Marke auffüllen, mit einem Schliffstopfen aus Glas verschließen und vorsichtig schütteln.

Alternativ ist es zulässig, die Konzentration durch Auswiegen zu ermitteln. Hierzu ist die Gewichtszunahme zu ermitteln, die sich durch die Zugabe der Referenzsubstanzen ergibt.

A.1.2.5 Zielverbindungen — Arbeitslösung (50 mg/l), z. B. in einen 500-ml-Messkolben DMSO vorlegen. Mit einer Vollpipette 25 ml aus der Stammlösung (A.1.2.4.) hinzu pipettieren. Den Messkolben mit DMSO bis zur Marke auffüllen, mit einem Schliffstopfen aus Glas verschließen und vorsichtig schütteln.

A.1.2.6 Herstellung der Bezugslösungen, z. B. in 50-ml-Messkolben mit Hilfe einer Vollpipette 2 ml, 5 ml, 10 ml, 15 ml, 20 ml und 25 ml der Arbeitslösung aus A.1.2.5 geben. In jeden Messkolben 5 ml der Arbeitslösung des internen Standards aus A.1.2.2 (250 mg/l) zugeben. Die einzelnen Messkolben mit DMSO bis zur Marke auffüllen, verschließen und vorsichtig schütteln.

Von jeden Messkolben mit einer Vollpipette 10 ml in ein Headspace-Vial (Nennvolumen 20 ml) füllen. Die Headspace-Fläschchen verschließen und kontrollieren, ob der Verschluss dicht und fest sitzt. Die Proben mit einem GC-System mit Headspace-Aufgabe analysieren.

A.1.3 Betriebsgase für die Gaschromatographie. Die Betriebsgase sind nach Angaben des Chromatographen-Herstellers zu wählen.

A.2 Geräte

A.2.1 Analysenwaage, auf 0,1 mg genau.

A.2.2 Messkolben, unterschiedliche Volumen, 50 ml bis 1 000 ml, nach DIN EN ISO 1042.

A.2.3 Vollpipetten, unterschiedliche Volumen, 1 ml bis 100 ml, nach DIN EN ISO 648.

A.2.4 Pasteur-Pipetten, aus Glas.

A.2.5 Headspace-Vials, z. B. Rollrandgläser, Nennvolumen 20 ml.

A.2.6 Verschlusskappen für Headspace-Vials, Beispiele für Septen sind nachfolgend angegeben.

BEISPIEL Aluminium-Cap mit Silikon-Liner, temperaturbeständig bis 120 °C; Aluminium-Cap mit Butyl/PTFE-Liner, temperaturbeständig bis 120 °C

A.2.7 Crimpzange.

A.2.8 Gaschromatograph mit geeignetem Detektor (GC-FID, GC-NPD, GC-MS), Gasversorgung nach Angaben des Herstellers.

BEISPIEL Perkin Elmer® AutosystemTM 8500, mit HS-40 XL Probengeber; Perkin Elmer® Clarus® 500, mit Turbo Matrix 40 Trap.²⁾

A.2.9 Automatischer Probengeber, ausgerüstet für statische Headspace-Technik.

A.2.10 Injektor, z. B. mit „split/splitless“-Technik, Temperaturprogrammierung.

A.2.11 Kapillarsäule, zur Gaschromatographie. Beispiele für geeignete Kapillarsäulen sind im Anhang F aufgeführt.

A.3 Durchführung der Prüfung

A.3.1 Probenvorbereitung

In ein Headspace-Vial etwa 200 mg der Probe exakt einwiegen. Mit einer Vollpipette 10 ml internen Standard nach A.1.2.3 zugeben. Das Headspace-Vial mit z. B. einem Butyl/PTFE Cap fest verschließen und kontrollieren, ob der Verschluss dicht und fest sitzt. Das Headspace-Vial, z. B. für 60 min bei 120 °C und unter Schütteln auf dem Probengeber konditionieren.

Es ist zu prüfen, ob die Faser vollständig gelöst vorliegt, falls von den genannten Bedingungen abgewichen werden soll.

Die eingesetzte Probenmenge kann bei Bedarf auf 500 mg erhöht werden.

2) Perkin Elmer® AutosystemTM 8500 und Perkin Elmer® Clarus® 500 sind Beispiele für geeignete handelsübliche Produkte. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Norm und bedeutet keine Anerkennung dieser genannten Produkte durch DIN.