

DIN EN ISO 11890-2



ICS 87.040

Ersatz für
DIN EN ISO 11890-2:2013-07

**Beschichtungsstoffe –
Bestimmung des Gehaltes an flüchtigen organischen Verbindungen
(VOC-Gehalt) und des Gehaltes an schwerflüchtigen organischen
Verbindungen (SVOC-Gehalt) –
Teil 2: Gaschromatographisches Verfahren (ISO 11890-2:2020);
Deutsche Fassung EN ISO 11890-2:2020**

Paints and varnishes –

Determination of volatile organic compounds (VOC) and/or semi volatile organic
compounds (SVOC) content –

Part 2: Gas-chromatographic method (ISO 11890-2:2020);

German version EN ISO 11890-2:2020

Peintures et vernis –

Détermination de la teneur en composés organiques volatils (COV) et/ou composés
organiques semi-volatils (COSV) –

Partie 2: Méthode par chromatographie en phase gazeuse (ISO 11890-2:2020);

Version allemande EN ISO 11890-2:2020

Gesamtumfang 51 Seiten

DIN-Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 11890-2:2020) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 35 „Paints and varnishes“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 139 „Lacke und Anstrichstoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 002-00-15 AA „Bautenbeschichtungen“ im DIN-Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB).

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 1513	siehe	DIN EN ISO 1513
ISO 2811 (all parts)	siehe	DIN EN ISO 2811 (alle Teile)
ISO 4618:2014	siehe	DIN EN ISO 4618:2015-01
ISO 5725-1	siehe	DIN ISO 5725-1
ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2
ISO 11890-1	siehe	DIN EN ISO 11890-1
ISO 15528	siehe	DIN EN ISO 15528

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 11890-2:2013-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Erweiterung des Titels und des Anwendungsbereiches auf die Bestimmung von schwerflüchtigen organischen Verbindungen (SVOC);
- b) Anwendungsbereich erweitert auf Konzentrationsbereiche von 0,01 % bis 100 %;
- c) Spezifikationen für die Bestimmung von schwerflüchtigen organischen Verbindungen hinzugefügt;
- d) Norm redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN EN ISO 11890-2: 2002-02, 2007-02, 2013-07

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 1513, *Beschichtungsstoffe — Prüfung und Vorbereitung von Proben*

DIN EN ISO 2811 (alle Teile), *Beschichtungsstoffe — Bestimmung der Dichte*

DIN EN ISO 4618:2015-01, *Beschichtungsstoffe — Begriffe (ISO 4618:2014); Dreisprachige Fassung EN ISO 4618:2014*

DIN EN ISO 11890-1, *Beschichtungsstoffe — Bestimmung des Gehaltes an flüchtigen organischen Verbindungen (VOC-Gehalt) — Teil 1: Differenzverfahren*

DIN EN ISO 15528, *Beschichtungsstoffe und Rohstoffe für Beschichtungsstoffe — Probenahme*

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe*

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

— Leerseite —

Deutsche Fassung

**Beschichtungsstoffe —
Bestimmung des Gehaltes an flüchtigen organischen
Verbindungen (VOC-Gehalt) und des Gehaltes an
schwerflüchtigen organischen Verbindungen (SVOC-Gehalt) —
Teil 2: Gaschromatographisches Verfahren (ISO 11890-2:2020)**

Paints and varnishes —
Determination of volatile organic compounds (VOC)
and/or semi volatile organic compounds (SVOC)
content —
Part 2: Gas-chromatographic method
(ISO 11890-2:2020)

Peintures et vernis —
Détermination de la teneur
en composés organiques volatils (COV)
et/ou composés organiques semi-volatils (COSV) —
Partie 2: Méthode par chromatographie en phase
gazeuse (ISO 11890-2:2020)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 28. Mai 2020 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-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. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim CEN-CENELEC-Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem 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.



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	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	8
4 Kurzbeschreibung	10
5 Erforderliche Informationen	10
6 Geräte	11
7 Reagenzien	13
8 Durchführung	15
8.1 Probenahme	15
8.2 Analyse	15
8.2.1 Probenvorbereitung	15
8.2.2 Datenerfassung zur Probenmessung	15
8.3 Kalibrierung	15
8.3.1 Allgemeines	15
8.3.2 Herstellung der Kalibrierlösungen	15
8.3.3 Analyse der Mehrpunkt-Kalibrierung	16
8.4 Qualitätssicherung	17
8.5 Gaschromatographische Bedingungen	17
8.6 Dichte	17
8.7 Wassergehalt	17
9 Datenanalyse	18
9.1 Integration und Identifikation von Verbindungen	18
9.2 Klassifizierung von Verbindungen	20
10 Quantitative Bestimmung des Gehaltes der Verbindungen	22
10.1 Allgemeines	22
10.2 Quantitative Bestimmung des Gehaltes der Verbindungen	24
10.2.1 Quantifizierung bezogen auf CSRF	24
10.2.2 Quantifizierung bezogen auf den Surrogat-Standard	24
11 Berechnung des VOC- und SVOC-Gehaltes	24
11.1 Allgemeines	24
11.2 Verfahren 1 — VOC-Gehalt und/oder SVOC-Gehalt, als Massenanteil in Prozent, des Produktes im gebrauchsfertigen Zustand	25
11.3 Verfahren 2 — VOC-Gehalt und/oder SVOC-Gehalt, in Gramm je Liter, des Produktes im gebrauchsfertigen Zustand	25
11.4 Verfahren 3 — VOC-Gehalt und/oder SVOC-Gehalt, in Gramm je Liter, des Produktes im gebrauchsfertigen Zustand abzüglich Wasser	26
11.5 Verfahren 4 — VOC-Gehalt und/oder SVOC-Gehalt, in Gramm je Liter, des Produktes im gebrauchsfertigen Zustand abzüglich Wasser und abzüglich ausgenommene Verbindungen	26

12	Datenauswertung und Berechnung der Endergebnisse	27
13	Präzision.....	28
13.1	Allgemeines	28
13.2	Wiederholgrenze r	28
13.3	Vergleichsgrenze R	28
14	Prüfbericht.....	28
Anhang A (normativ) Unvollständige Liste von VOC-, SVOC- und NVOC-Verbindungen		29
Anhang B (informativ) Informationen zu thermisch instabilen Produkten.....		36
Anhang C (informativ) Beispiele für Bedingungen des GC-Verfahrens.....		43
Anhang D (informativ) Ergebnisse des Ringversuchs für die Bestimmung von Präzisionsdaten.....		45
Literaturhinweise.....		47

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 11890-2:2020) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 35 „Paints and varnishes“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 139 „Lacke und Anstrichstoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Januar 2021, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Januar 2021 zurückgezogen werden.

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

Dieses Dokument ersetzt EN ISO 11890-2:2013.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 11890-2:2020 wurde von CEN als EN ISO 11890-2:2020 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (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 bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) 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. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten 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. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

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, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Europäischen Komitee für Normung (CEN) und dessen Technischem Komitee CEN/TC 139, *Lacke und Anstrichstoffe*, in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee ISO/TC 35, *Paints and varnishes*, in Übereinstimmung mit der Vereinbarung zur technischen Zusammenarbeit zwischen ISO und CEN (Wiener Vereinbarung) erarbeitet.

Diese vierte Ausgabe ersetzt die dritte Ausgabe (ISO 11890-2:2013), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- der Anwendungsbereich wurde um die Bestimmung von schwerflüchtigen organischen Verbindungen (SVOC) erweitert;
- der Anwendungsbereich wurde auf Konzentrationsbereiche von 0,01 % bis 100 % erweitert;
- die Spezifikationen für die Bestimmung von schwerflüchtigen organischen Verbindungen wurden hinzugefügt.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 11890 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

Dieses Dokument gehört zu einer Reihe von Normen, welche die Probenahme und die Prüfung von Beschichtungsstoffen und ihren Rohstoffen behandelt. Es legt ein Verfahren zum Bestimmen des Gehaltes an flüchtigen organischen Verbindungen (VOC-Gehalt) und schwerflüchtigen organischen Verbindungen (SVOC-Gehalt) in Beschichtungsstoffen und deren Rohstoffen fest.

WARNUNG — Die Anwendung dieses Dokuments kann den Einsatz gefährlicher Werkstoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Dieses Dokument gibt nicht vor, alle mit seiner Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieses Dokuments, vor seiner Anwendung geeignete Maßnahmen für die Sicherheit und den Gesundheitsschutz des Personals zu ergreifen und zu diesem Zweck die Gültigkeit etwaiger anderer Einschränkungen zu bestimmen.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument gilt für die Bestimmung von VOC und/oder SVOC bei einem erwarteten Gehalt über 0,01 % (Massenanteil) bis zu 100 % (Massenanteil).

Das in ISO 11890-1 angegebene Verfahren wird verwendet, wenn der VOC-Gehalt über 15 % (Massenanteil) liegt. Dieses Dokument (Verfahren nach ISO 11890-2) gilt, wenn das System VOC und SVOC enthält, da das VOC-Ergebnis nach ISO 11890-1 durch SVOC beeinflusst werden kann. Für einen VOC-Gehalt unter 0,1 % wird das in ISO 17895 beschriebene Kopfraumverfahren als Alternative verwendet. ISO 11890-1 und ISO 17895 können nicht für die Bestimmung des SVOC-Gehaltes verwendet werden.

ANMERKUNG 1: Einige Bestandteile von Beschichtungsstoffen und ihren Rohstoffen können während der Analyse zerfallen und künstliche VOC- und/oder SVOC-Signale verursachen. Bei der Bestimmung von VOC und/oder SVOC für Beschichtungsstoffe und ihre Rohstoffe sind diese Signale Artefakte des Verfahrens und werden nicht berücksichtigt (Beispiele werden in Anhang B gegeben).

Dieses Verfahren geht davon aus, dass es sich bei den flüchtigen Anteilen entweder um Wasser oder um organische Verbindungen handelt. Es können jedoch andere flüchtige anorganische Verbindungen vorhanden sein, die durch ein anderes geeignetes Verfahren bestimmt und in den Berechnungen berücksichtigt werden dürfen. Das in diesem Dokument beschriebene Verfahren gilt nicht für die Bestimmung des Wassergehaltes.

ANMERKUNG 2: Wenn in dem Beschichtungsstoff oder seinen Rohstoffen organische Säuren oder Basen und ihre entsprechenden Salze vorhanden sind, ist die mit diesem Verfahren bestimmte Menge aufgrund einer Änderung des Säure-Base-Gleichgewichts möglicherweise nicht genau.

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 760, *Determination of water — Karl Fischer method (General method)*

ISO 1513, *Paints and varnishes — Examination and preparation of test samples*

ISO 2811 (all parts), *Paints and varnishes — Determination of density*

ISO 15528, *Paints, varnishes and raw materials for paints and varnishes — Sampling*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

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

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <http://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

3.1
flüchtige organische Verbindung
VOC, en: volatile organic compound
jede organische Flüssigkeit und/oder jeder organische Feststoff, die (der) bei den herrschenden Umgebungsbedingungen (Temperatur und Druck) von selbst verdunstet

Anmerkung 1 zum Begriff: Bezüglich der derzeitigen Anwendung des Ausdruckes VOC auf dem Gebiet der Beschichtungsstoffe siehe unter *Gehalt an flüchtigen organischen Verbindungen (VOC-Gehalt, 3.4)*.

Anmerkung 2 zum Begriff: In staatlichen Verordnungen in den USA bezieht sich der Ausdruck VOC lediglich auf Verbindungen, die in der Atmosphäre photochemisch aktiv sind (siehe ASTM D 3960). Jede andere Verbindung wird dann als *ausgenommene Verbindung* (3.6) bezeichnet.

[QUELLE: ISO 4618:2014, 2.270]

3.2
schwerflüchtige organische Verbindung
SVOC, en: semi-volatile organic compound
organische Flüssigkeit und/oder organischer Feststoff, die (der) bei den herrschenden Umgebungsbedingungen (Temperatur und Druck) von selbst verdunstet, jedoch langsamer im Vergleich zu VOC

Anmerkung 1 zum Begriff: Bezüglich der derzeitigen Anwendung des Ausdruckes SVOC auf dem Gebiet der Beschichtungsstoffe siehe unter *Gehalt an schwerflüchtigen organischen Verbindungen (SVOC-Gehalt, 3.5)*.

3.3
nicht flüchtige organische Verbindung
NVOC, en: non-volatile organic ompound
organische Flüssigkeit und/oder organischer Feststoff, die (der) nicht als *VOC* oder *SVOC* klassifiziert wird

3.4
Gehalt an flüchtigen organischen Verbindungen
VOC-Gehalt
VOCC, en: volatile organic compounds content
Masse *flüchtiger organischer Verbindungen* (3.1) in einem Beschichtungsstoff, die unter festgelegten Bedingungen bestimmt wurde

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Eigenschaften und die Menge der Verbindungen, die zu berücksichtigen sind, hängen vom Anwendungsbereich des Beschichtungsstoffes ab. Hierfür sind die Grenzwerte und Bestimmungs- oder Berechnungsverfahren durch Verordnungen oder Vereinbarungen festgelegt.

Anmerkung 2 zum Begriff: Wenn sich VOC auf Verbindungen mit einem bestimmten maximalen Siedepunkt bezieht, gehören Verbindungen mit einem Siedepunkt unterhalb und einschließlich dieses Grenzwertes zum VOC-Gehalt, und Verbindungen mit höheren Siedepunkten werden als schwerflüchtige oder nicht flüchtige organische Verbindungen bezeichnet.

[QUELLE: ISO 4618:2014, 2.271 modifiziert — Anmerkung 2 zum Begriff wurde ergänzt.]

3.5

Gehalt an schwerflüchtigen organischen Verbindungen

SVOC-Gehalt

SVOCC, en: semi-volatile organic compounds content

Masse *schwerflüchtiger organischer Verbindungen* (3.2) in einem Beschichtungsstoff, die unter festgelegten Bedingungen bestimmt wurde

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Eigenschaften und die Menge der Verbindungen, die zu berücksichtigen sind, hängen vom Anwendungsbereich des Beschichtungsstoffes ab. Hierfür sind die Grenzwerte und Bestimmungs- oder Berechnungsverfahren durch Verordnungen oder Vereinbarungen festgelegt.

Anmerkung 2 zum Begriff: Wenn sich SVOC auf Verbindungen mit einem bestimmten maximalen und minimalen Siedepunkt bezieht, gehören Verbindungen mit einem Siedepunkt oberhalb des unteren Grenzwertes sowie unterhalb und einschließlich des oberen Grenzwertes zum SVOC-Gehalt, und Verbindungen mit höheren Siedepunkten werden als nicht flüchtige organische Verbindungen bezeichnet.

3.6

ausgenommene Verbindung

organische Verbindung, die nicht an photochemischen Reaktionen in der Atmosphäre beteiligt ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Dieser Ausdruck wird nur in bestimmten Ländern verwendet.

3.7

gebrauchsfertiger Zustand

Zustand, in dem ein Produkt entsprechend den Anweisungen des Herstellers im richtigen Verhältnis gemischt und im richtigen Verhältnis mit den richtigen Verdünnungsmitteln verdünnt ist, so dass es zum Beschichten nach dem festgelegten Verfahren geeignet ist

3.8

interner Standard

Verbindung, die in der Probe nicht vorhanden, im Chromatogramm vollständig von den anderen Komponenten getrennt, im Hinblick auf die Bestandteile der Probe inert, im erforderlichen Temperaturbereich stabil und von bekanntem Reinheitsgrad ist und die der Probe beigelegt wird, um die Verdünnung und den Einspritz-Schritt der Analyse zu steuern

3.9

Surrogat-Standard

Verbindung mit bekanntem Reinheitsgrad, die dazu dient, nicht identifizierte VOC und SVOC zu quantifizieren

3.10

Markersubstanz

Verbindung, die dazu dient, zwischen VOC und SVOC oder zwischen SVOC und NVOC zu unterscheiden, wenn die Unterscheidung auf der Grundlage der *Retentionszeit* (3.11) getroffen werden muss

3.11

Retentionszeit

t_R

vom Einspritzen des Probenbestandteils bis zur Aufzeichnung des Peakmaximums vergehender Zeitraum

3.12

Extraktionslösungsmittel

Flüssigkeit, die dazu dient, die VOC und SVOC aus der untersuchten Matrix zu extrahieren

3.13

Hauptpeak

Peak, der wesentlich beiträgt zu

- dem VOC-Gehalt, d. h. $\geq 10\%$ des absoluten VOC-Gehaltes (als DEA-Äquivalent) und $\geq 0,1\%$ (Massenanteil) (als DEA-Äquivalent), oder
- dem SVOC-Gehalt, d. h. $\geq 10\%$ des absoluten SVOC-Gehaltes (als DEA-Äquivalent) und $\geq 0,1\%$ (Massenanteil) (als DEA-Äquivalent)

3.14

Nebenpeak

Peak, der nur unwesentlich beiträgt zu

- dem VOC-Gehalt, d. h. $< 0,1\%$ (Massenanteil) (als DEA-Äquivalent) und/oder $< 10\%$ des absoluten VOC-Gehaltes (als DEA-Äquivalent), oder
- dem SVOC-Gehalt, d. h. $< 0,1\%$ (Massenanteil) (als DEA-Äquivalent) und/oder $< 10\%$ des absoluten SVOC-Gehaltes (als DEA-Äquivalent)

3.15

Reagenz

Substanz, die in einer chemischen/biochemischen Analyse oder in anderen Reaktionen verwendet wird

[QUELLE: ISO 20391-1:2018, 3.19]

4 Kurzbeschreibung

Nach dem Vorbereiten der Probe werden die flüchtigen, schwerflüchtigen und nicht flüchtigen organischen Verbindungen gaschromatographisch getrennt. Je nach Art der Probe wird die Heißaufgabe oder die Kaltaufgabe zum Einspritzen der Probe angewendet. Die Heißaufgabe ist das bevorzugte Verfahren. Nach dem Identifizieren der Verbindungen, z. B. über GC-MS, werden diese über die Peakflächen, bezogen auf ihre verbindungsspezifische relative Response, mit Hilfe eines internen Standards mittels GC-FID quantifiziert. Nicht identifizierbare Substanzen werden bezogen auf einen Surrogat-Standard quantifiziert, der mit dem internen Standard identisch sein kann. Der VOC- und/oder SVOC-Gehalt der Probe wird berechnet.

5 Erforderliche Informationen

Für jede spezielle Anwendung sollten die erforderlichen Informationen vorzugsweise zwischen den Vertragspartnern vereinbart werden. Sie dürfen teilweise oder vollständig einer internationalen oder nationalen Norm oder einem anderen Schriftstück für das zu prüfende Produkt entnommen werden.

Die erforderlichen Informationen können die folgenden Angaben einschließen:

- a) zu bestimmende organische Verbindung(en) (siehe Abschnitt 9);
- b) anzuwendende experimentelle Bedingungen (siehe 8.5);
- c) Klassifizierungskriterien für VOC und/oder SVOC;
- d) welche der organischen Verbindungen unter a) ausgenommene Verbindungen sind (falls zutreffend);
- e) anzuwendendes Berechnungsverfahren (siehe Abschnitt 10 und Abschnitt 11).

6 Geräte

6.1 Gaschromatograph

Alle mit der Probe in Berührung kommenden Teile des Gerätes müssen aus einem Werkstoff (z. B. Glas) hergestellt sein, der gegenüber der Probe beständig ist und diese chemisch nicht verändert.

Eines der in 6.1.1 und 6.1.2 festgelegten Systeme verwenden.

6.1.1 Heißaufgabesystem (bevorzugtes System)

Das Gerät muss einen temperatureinstellbaren Einspritzblock mit Probenteiler aufweisen. Die Einspritztemperatur muss auf 1 °C einstellbar sein. Die Standardbetriebstemperatur muss zwischen 250 °C und 280 °C liegen.

ANMERKUNG Es ist sinnvoll, silanisierte Glaswolle zu verwenden, um nicht flüchtige Bestandteile zurückzuhalten. Die aktiven Seiten von silanierter Glaswolle können organische Verbindungen aufnehmen und einen erheblichen Einfluss auf die Rückgewinnungsrate im niedrigeren Bereich des Verfahrens haben. Adsorptionserscheinungen äußern sich durch „Peak-tailing“, insbesondere bei Komponenten geringer Flüchtigkeit und/oder hoher Polarität.

6.1.2 Kaltaufgabesystem (temperaturprogrammierte Verdampfung, en: programmed temperature vaporizer, PTV)

Das Kaltaufgabesystem muss von Raumtemperatur bis 300 °C programmiert aufheizbar sein und über einen Probenteiler für geteilten Betrieb (Split-Betrieb) verfügen.

ANMERKUNG Es ist sinnvoll, silanisierte Glaswolle zu verwenden, um nicht flüchtige Bestandteile zurückzuhalten. Die aktiven Seiten von silanierter Glaswolle können organische Verbindungen aufnehmen und einen erheblichen Einfluss auf die Rückgewinnungsrate im niedrigeren Bereich des Verfahrens haben. Adsorptionserscheinungen äußern sich durch „Peak-tailing“, insbesondere bei Komponenten geringer Flüchtigkeit und/oder hoher Polarität.

6.1.3 Wahl des Probenaufgabesystems

Die Wahl zwischen Heißaufgabe und Kaltaufgabe richtet sich nach der Art des zu prüfenden Produktes. Für Produkte, die bei hohen Temperaturen Stoffe freisetzen, welche die Bestimmung stören, wird die Anwendung des Kaltaufgabesystems bevorzugt. Spaltprodukte von Bindemitteln oder Additiven können durch die Verwendung eines Kaltaufgabesystems reduziert werden.

Hinweise auf Abspaltungs- oder Zersetzungsreaktionen können sich aus Veränderungen im Chromatogramm (z. B. Auftreten von Fremdpeaks oder Peakvergrößerungen oder Peakverkleinerungen) bei unterschiedlichen Temperaturen des Probenaufgabesystems ergeben (siehe Anhang B).

6.2 Ofen

Der Ofen muss zwischen 40 °C und 300 °C sowohl isotherm regelbar als auch programmiert aufheizbar sein. Die Ofentemperatur muss auf 1 °C genau einstellbar sein. Die Endtemperatur des Temperaturprogramms darf die maximale Betriebstemperatur der Kapillartrennsäule (siehe 6.4) nicht überschreiten.

6.3 Detektor

Die folgenden beiden Detektoren müssen verwendet werden:

6.3.1 Massenspektrometer oder anderer massenselektiver Detektor (MS oder MSD), für die Identifizierung von VOC- und SVOC-Verbindungen. Die Detektortemperatur muss, um Kondensationserscheinungen zu verhindern, mindestens 10 °C über der höchsten Ofentemperatur liegen.

6.3.2 Flammenionisationsdetektor (en: flame ionization detector, FID) zur Quantifizierung von VOC- und SVOC-Verbindungen, der bei Temperaturen zwischen 230 °C und 300 °C betrieben werden kann. Die Detektortemperatur muss, um Kondensationserscheinungen zu verhindern, mindestens 10 °C über der höchsten Ofentemperatur liegen. Detektorgasversorgung, Einspritzmenge, Teilungsverhältnis und Verstärkereinstellung sind so zu optimieren, dass die zur Berechnung verwendeten Signale (Peakflächen) der Substanzmenge proportional sind.

6.4 Kapillartrennsäule

Die Trennsäule muss aus Glas oder Quarzglas („fused silica“) bestehen. Trennsäulen mit ausreichender Länge zum Trennen von flüchtigen Verbindungen und einem Innendurchmesser von höchstens 0,32 mm, belegt mit 5 % Phenyl-modifiziertem Polydimethylsiloxan oder 6 % (Cyanopropyl-Phenyl-)Methylpolysiloxan in geeigneter Filmdicke müssen verwendet werden.

ANMERKUNG Säulen wie DB-5, HP-5 oder DB-1301 sind geeignet¹. DB-5, HP-5 oder DB-1301 sind GC-Säulen, die als äquivalent zu USP-Phase G27 oder G43 gelten. Andere Säulen, die äquivalent zu USP-Phase G27 oder G43 sind und die vorgegebenen Leistungskriterien dieses Verfahrens erfüllen, können ebenfalls verwendet werden.

6.5 Leistungskriterien des analytischen Systems

Die Leistungskriterien des analytischen Systems müssen nachgewiesen werden. Die Bestimmungsgrenze (en: limit of quantification, LOQ) für den VOC-Gehalt bzw. den SVOC-Gehalt liegt bei 0,01 % (Massenanteil). Für Einzelverbindungen wird eine LOQ von 0,005 % (Massenanteil) angenommen, wenn der Responsefaktor für Diethyladipat (d. h. in DEA-Äquivalenten) verwendet wird.

ANMERKUNG Die Bestimmungsgrenze kann für einzelne Verbindungen abweichen. Bei Bedarf kann die verbindungs-spezifische Bestimmungsgrenze für die betrachtete(n) Einzelverbindung(en) bestimmt werden.

Die chromatographische Auflösung muss ausreichend sein, um die Verbindungen DEA und Tetradecan (C14) sowie Docosan (C22) und Dibutylsebacat (DBS) zu trennen. Es muss mindestens eine Auflösung von 1 erreicht werden.

Für die Quantifizierung des VOC-Gehaltes und/oder des SVOC-Gehaltes bei Konzentrationen unter 0,1 % (Massenanteil) muss nachgewiesen werden, dass die LOQ von Triethylenglykol (TEG) bezogen auf das Probengewicht mindestens 0,005 % (Massenanteil) beträgt.

6.6 Einrichtung zur qualitativen Analyse

Ist zum Identifizieren der getrennten Verbindungen ein massenselektiver Detektor zu verwenden, muss das Instrument mit dem Gaschromatographen gekoppelt werden.

6.7 Injektionsspritze

Die Injektionsspritze muss ein Fassungsvermögen haben, das mindestens dem doppelten Volumen der in den Gaschromatographen einzuspritzenden Probenmenge entspricht.

6.8 Datenverarbeitung

Für die Integration, Kalibrierung, Quantifizierung und andere Datenverarbeitungsprozesse muss eine geeignete Software verwendet werden.

¹ DB-5, HP-5 und DB-1301 sind Handelsnamen von Produkten. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung des Anwenders dieses Dokuments und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produkts durch ISO. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu den gleichen Ergebnissen führen.