

DIN EN ISO 22517

ICS 59.140.30

**Leder –
Chemische Prüfungen –
Bestimmung des Pestizidrückstandsgehalts (ISO 22517:2019);
Deutsche Fassung EN ISO 22517:2021**

Leather –
Chemical tests –
Determination of pesticide residues content (ISO 22517:2019);
German version EN ISO 22517:2021

Cuir –
Essais chimiques –
Détermination de la teneur en résidus de pesticides (ISO 22517:2019);
Version allemande EN ISO 22517:2021

Gesamtumfang 24 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 22517:2019 wurde von der Kommission für chemische Prüfungen der „International Union of Leather Technologists and Chemists Societies“ (IUC Commission, IULTCS) erarbeitet und vom Technischen Komitee CEN/TC 289 „Leder“ als EN ISO 22517:2021 übernommen, dessen Sekretariat von UNI (Italien) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-05-52 AA „Chemische Prüfverfahren für Leder“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

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

ISO 2418	siehe	DIN EN ISO 2418
ISO 2419	siehe	DIN EN ISO 2419
ISO 4044	siehe	DIN EN ISO 4044

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

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 2418, *Leder — Chemische, physikalische und mechanische Prüfungen und Echtheitsprüfungen — Probenahmestelle*

DIN EN ISO 2419, *Leder — Physikalische und mechanische Prüfungen — Probenvorbereitung und Konditionierung*

DIN EN ISO 4044, *Leder — Chemische Prüfungen — Vorbereitung von Proben für chemische Untersuchungen*

Deutsche Fassung

Leder —
Chemische Prüfungen —
Bestimmung des Pestizidrückstandsgehalts
(ISO 22517:2019)

Leather —
Chemical tests —
Determination of pesticide residues content
(ISO 22517:2019)

Cuir —
Essais chimiques —
Détermination de la teneur en résidus de pesticides
(ISO 22517:2019)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 9. August 2021 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	3
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	5
5 Sicherheitsvorkehrungen	5
6 Reagenzien	6
7 Prüfeinrichtung	6
8 Durchführung	7
8.1 Probe	7
8.2 Extraktion	7
8.3 Aufreinigung	7
8.4 Kalibrierlösungen	8
8.4.1 Herstellung einer Mischung von Kalibrierlösungen	8
8.4.2 Herstellung der Kalibriermischung für die Wiederfindungsrate	8
8.5 Herstellung einer Blindprobe	8
8.6 Analyse mittels GC-MS	8
8.7 Überprüfung des Analysensystems	8
9 Auswertung der Ergebnisse	9
9.1 Berechnung der Ergebnisse	9
9.2 Zuverlässigkeit des Verfahrens	9
10 Prüfbericht	10
Anhang A (normativ) 24 Arten von Pestizidverbindungen	11
Anhang B (informativ) Chromatographiebedingungen und Kenngrößen für GC-MS	12
Anhang C (informativ) Retentionszeit, quantitative und qualitative Ionen sowie Ionenhäufigkeitsverhältnisse	13
Anhang D (informativ) Startzeitpunkt und die Verweilzeit jeder Gruppe von Nachweisionen	14
Anhang E (informativ) Chromatogramm und Einzelion des Standards mit 24 Pestiziden, erhalten mittels GC-MS	15
Anhang F (informativ) Wiederfindungsbereich von Pestiziden in Leder ($n = 6$)	16
Anhang G (informativ) Präzision	19
Literaturhinweise	22

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 22517:2019 wurde von der Kommission für chemische Prüfungen der „International Union of Leather Technologists and Chemists Societies“ (IUC Commission, IULTCS) erarbeitet und vom Technischen Komitee CEN/TC 289 „Leder“ als EN ISO 22517:2021 übernommen, dessen Sekretariat von UNI gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Februar 2022, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Februar 2022 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.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

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 22517:2019 wurde von CEN als EN ISO 22517:2021 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 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 hat drei Kommissionen, die für die Festlegung von international angewandten Verfahren für die Probenahme und Prüfung von Leder verantwortlich sind. ISO erkennt IULTCS als internationale Normungsorganisation für die Erstellung von Prüfverfahren für Leder an.

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.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein quantitatives Prüfverfahren zur Bestimmung von 24 Arten von Pestizidrückständen in Leder mittels Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-MS) fest.

Dieses Dokument ist anzuwenden für alle Lederarten, die Pestizide freisetzen könnten.

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

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

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

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

4 Kurzbeschreibung

Die Lederprobe wird mittels Ultraschall mit einer gemischten Lösung aus *n*-Hexan und Ethylacetat (1 + 1, Volumenanteile) extrahiert. Die Extraktion wird mittels GC-MS nachgewiesen und bestätigt und die quantitative Bestimmung erfolgt unter Anwendung eines Verfahrens mit externem Standard.

5 Sicherheitsvorkehrungen

5.1 Die Pestizidverbindungen werden als Substanzen hoher Toxizität eingestuft. Einige sind persistente organische Schadstoffe (POPs, en: persistent organic pollutants) und stehen im Verdacht, beim Menschen krebserregend zu sein.

Jegliche Handhabung und Entsorgung dieser Substanzen muss unter strikter Einhaltung der geltenden Sicherheits- und Gesundheitsanforderungen erfolgen.

5.2 Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, bei diesem Prüfverfahren sichere und geeignete Techniken bei der Handhabung von Materialien anzuwenden. Hinsichtlich spezifischer Einzelheiten, wie z. B. Datenblättern zur Materialsicherheit und anderen Empfehlungen, werden die Hersteller konsultiert.

5.3 Die gute Laborpraxis sollte eingehalten werden. In allen Laborbereichen werden eine Schutzbrille sowie eine Staubmaske und Einmalhandschuhe bei der Handhabung dieser Verbindungen und Lederproben getragen.

6 Reagenzien

Sofern nicht anders festgelegt, müssen Chemikalien analytischer Qualität verwendet werden.

6.1 *n*-Hexan, chromatographisch rein.

6.2 Ethylacetat, chromatographisch rein.

6.3 Acetonitril, chromatographisch rein.

6.4 Toluol, chromatographisch rein.

6.5 *n*-Hexan und Ethylacetat (1 + 1, Volumenanteile), gemischte Lösung.

6.6 Acetonitril und Toluol (3 + 1, Volumenanteile), gemischte Lösung.

6.7 24 Arten von Pestizidstandards, wie in Anhang A aufgeführt, mit einer Reinheit von 97 % oder mehr. In Bezug auf einzelne Details zu den 24 Pestizidverbindungen siehe Anhang A.

6.8 Standardlösungen von Pestiziden, die Menge jedes Pestizidstandards wird genau eingewogen und in einer kleinen Menge an *n*-Hexan gelöst, um eine Standardlösung mit einer Konzentration von 100 µg/ml herzustellen. Eine handelsübliche zertifizierte Lösung ist eine Alternative. Die Mindesthaltbarkeit einer handelsüblichen zertifizierten Lösung ist im Zertifikat angegeben. Die Mindesthaltbarkeit der aus Pulver hergestellten Lösung beträgt einen Monat.

6.9 Standard-Stammlösungen von Pestiziden, ein bestimmtes Volumen jeder Pestizid-Standardlösung (6.8) wird genau in einen separaten Messkolben pipettiert. Es wird mit *n*-Hexan verdünnt, um die intermediäre Standard-Stammlösung mit einer Konzentration von 1 µg/ml herzustellen. Die Mindesthaltbarkeit der Stammlösung beträgt einen Monat.

6.10 Standardkalibrierlösungen von Pestiziden, ein bestimmtes Volumen Standard-Stammlösung (6.9) wird in einen Messkolben pipettiert und mit *n*-Hexan verdünnt, um Standardkalibrierlösungen mit Konzentrationen im Bereich von 10 ng/ml bis 1 000 ng/ml herzustellen. Sie werden vor Gebrauch hergestellt.

7 Prüfeinrichtung

Die üblichen Laborausstattung und insbesondere Folgendes.

7.1 Gaschromatograph (GC), mit massenselektivem Detektor (MSD) und Elektronenstoß-Ionenquelle (EIS, en: electron impact source).

7.2 Analysenwaage, zum Wägen mit einer Fehlergrenze von 0,1 mg.

7.3 Laborwaage, zum Wägen mit einer Fehlergrenze von 0,01 g.

7.4 Vortex-Mischer.

7.5 Ultraschall-Wasserbad, Ultraschallfrequenz 40 KHz, Ultraschalleistung 200 W, mit regelbarer Heizung.

7.6 Vakuum-Rotationsverdampfer, mit Vakuumregelung und Wasserbad. Andere Arten von Verdampfungsvorrichtungen dürfen verwendet werden, z. B. ein Wasserbad mit einem geregelten Stickstoffstrom über der Flüssigkeit.