

DIN EN ISO 23702-1



ICS 59.140.30

**Leder –
Organisches Fluor –
Teil 1: Bestimmung der nichtflüchtigen Verbindungen durch ein
Extraktionsverfahren mit
Flüssigkeitschromatographie/Tandem-Massenspektrometrie-Detektor
(LC-MS/MS) (ISO 23702-1:2018);
Deutsche Fassung EN ISO 23702-1:2018**

Leather –
Organic fluorine –
Part 1: Determination of non-volatile compounds by extraction method using liquid
chromatography/tandem mass spectrometry detector (LC-MS/MS) (ISO 23702-1:2018);
German version EN ISO 23702-1:2018

Cuir –
Fluor organique –
Partie 1: Détermination de la teneur en composés non volatils par une méthode d'extraction
utilisant la chromatographie en phase liquide couplée à un détecteur par spectrométrie de
masse en tandem (LC-MS/MS) (ISO 23702-1:2018);
Version allemande EN ISO 23702-1:2018

Gesamtumfang 28 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 23702-1:2018) wurde vom Technischen Komitee IULTCS „International Union of Leather Technologists and Chemists Societies“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 289 „Leder“ erarbeitet, 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 internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 2418	siehe DIN EN ISO 2418
ISO 3696	siehe DIN ISO 3696
ISO 4044:2017	siehe DIN EN ISO 4044:2017-05

Diese Europäische Norm enthält neben den gesetzlichen Einheiten auch die Einheit „psi“, die in Deutschland nicht zugelassen ist. Es wird ausdrücklich darauf hingewiesen, dass die Anwendung dieser Einheiten im nationalen amtlichen und geschäftlichen Verkehr aufgrund des Gesetzes über Einheiten im Messwesen nicht zulässig ist.

Umrechnung:

Nicht zugelassene Einheit	Zugelassene Einheit	Umrechnung
psi	Pa	1 psi = 6 894,757 Pa

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

DIN EN ISO 4044:2017-05, *Leder — Chemische Prüfungen — Vorbereitung von Proben für chemische Untersuchungen (ISO 4044:2017)*

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

Deutsche Fassung

Leder —
Organisches Fluor —
Teil 1: Bestimmung der nichtflüchtigen Verbindungen durch
ein Extraktionsverfahren mit
Flüssigkeitschromatographie/Tandem-Massenspektrometrie-
Detektor (LC-MS/MS)
(ISO 23702-1:2018)

Leather —
Organic fluorine —
Part 1: Determination of non-volatile compounds by
extraction method using liquid
chromatography/tandem mass spectrometry detector
(LC-MS/MS)
(ISO 23702-1:2018)

Cuir —
Fluor organique —
Partie 1: Détermination de la teneur en composés non
volatils par une méthode d'extraction utilisant la
chromatographie en phase liquide couplée à un détecteur
par spectrométrie de masse en tandem (LC-MS/MS)
(ISO 23702-1:2018)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 3. Oktober 2018 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, 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.



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	7
5 Reagenzien	7
6 Prüfgerät	8
7 Prüfverfahren	9
7.1 Probenahme und Probenvorbereitung	9
7.2 Extraktionsverfahren	9
7.2.1 Extraktion	9
7.2.2 Störungen	9
7.3 Analyseverfahren	9
8 Berechnung und Angabe der Ergebnisse	10
8.1 Kalibrierkurve	10
8.2 Berechnung des Ergebnisses	10
9 Präzision	11
10 Prüfbericht	11
Anhang A (informativ) Klassen regulierter hochfluorierter Verbindungen, die nach diesem Dokument bestimmt werden können	12
Anhang B (informativ) Andere relevante besorgniserregende Verbindungen	13
Anhang C (informativ) Bedingungen für die LC-MS/MS-Chromatographie	14
Anhang D (informativ) Störungen	23
Anhang E (informativ) Genauigkeit	24
Literaturhinweise	26

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 23702-1:2018) wurde vom Technischen Komitee IULTCS „International Union of Leather Technologists and Chemists Societies“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 289 „Leder“ erarbeitet, dessen Sekretariat von UNI (Italien) gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Mai 2019, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Mai 2019 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.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien, 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 23702-1:2018 wurde von CEN als EN ISO 23702-1:2018 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler 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 bei allen elektrotechnischen Themen 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) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, enthält der folgende Link: 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 von professionellen 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 23702 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 kann unter www.iso.org/members.html abgerufen werden.

Einleitung

Die Gruppe der per- und polyfluorierten Verbindungen (PFC, en: per- and poly-fluorinated compounds) besteht aus mehr als 800 Substanzen. Die bekanntesten sind Perfluoroctansulfonsäure (PFOS, en: perfluorooctanoic sulfonic acid) und Perfluoroctansäure (PFOA, en: perfluorooctanoic acid).

Perfluoroctansulfonsäure (PFOS) ist als persistent, bioakkumulierbar und toxisch (PBT) eingestuft. PFOS und ihre Salze unterliegen in Bezug auf ihre Vermarktung und Verwendung in vielen Ländern Beschränkungen und Vorschriften (siehe Literaturhinweise [3] und [4]).

Perfluoroctansäure (PFOA) und ihre Salze stehen im Verdacht, ein ähnliches Risikoprofil wie PFOS zu haben.

Eine Vielzahl von langkettigen per- und polyfluorierten Verbindungen wurde in die EU-Kandidatenliste der besonders besorgniserregenden Stoffe (SVHC, en: substances of very high concern) aufgenommen, die verfügbar ist unter <https://echa.europa.eu/candidate-list-table>.

Die regulativen Schwellenwerte für beschränkte per- und polyfluorierte Verbindungen begrenzen die Verwendung auf ein Niveau, unterhalb dessen sie nicht mehr sinnvoll verwendet werden können. Die Schwellenwerte müssen berücksichtigen, dass möglicherweise unvermeidbare Verunreinigungen und unbeabsichtigte Spurenverunreinigungen vorhanden sind.

Die langkettigen, vollständig fluorierten Anionen sind nichtflüchtig. Sie sind wärmebeständig und in der Umwelt abbauresistent. Die per- und polyfluorierten Verbindungen wurden in vielen Industriezweigen vielseitig eingesetzt, z. B. in öl-, schmutz- und wasserabweisenden Oberflächenausführungen (Zurichtungen) für Textilien, Lederprodukte, Papier, Möbel und Teppiche.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Testverfahren zum Nachweis und zur Quantifizierung von extrahierbaren neutralen, ionischen, lang-, mittel- und kurzkettigen perfluorierten und polyfluorierten Substanzen in Leder und beschichtetem Leder fest.

Unter Berücksichtigung der dreidimensionalen Faserverteilung innerhalb des Leders bewertet dieses Dokument die perfluorierten und polyfluorierten Substanzen im Hinblick auf die Masse.

Die Klassen der regulierten Verbindungen, die in Anhang A, Tabelle A.1, aufgeführt sind, schließen Säuren, Telomere, Sulfonate und Sulfonamidalkohole ein. Die Klassen anderer, nicht regulierter Verbindungen, die nach diesem Dokument bestimmt werden können, sind in Anhang B, Tabelle B.1, festgelegt.

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 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

ISO 4044:2017, *Leather — Chemical tests — Preparation of chemical test samples*

EN 15987, *Leder — Terminologie — Hauptdefinitionen für den Lederhandel*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach EN 15987 und 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 <https://www.iso.org/obp>

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

3.1

Analyt

Substanz oder chemischer Bestandteil, die/der einer Messung unterworfen wird

[QUELLE: CEN/TS 15968:2010, 3.1]

3.2

Bestandteil

rein chemisches Material und Substanz, aus dem oder der ein Material zusammengesetzt ist

3.3

Extrakt

konzentrierte Zubereitung der aus dem behandelten Material isolierten Analyten

3.4

interner Standard

vom Analyten abweichende Verbindung, die in der Probe in einer bekannten Menge enthalten oder der Probe zugesetzt ist, die gleichzeitig mit dem Analyten nachgewiesen wird und deren physikalische und chemische Eigenschaften möglichst ähnlich denen des Analyten sind

4 Kurzbeschreibung

Die in Anhang A, Tabelle A.1, aufgeführten Klassen regulierter Verbindungen werden mit Methanol extrahiert und der Extrakt mittels Hochleistungsflüssigkeitschromatographie mit einem **Tandem**-Massenspektrometrie-Detektor (LC-MS/MS) analysiert.

ANMERKUNG Die in Anhang B, Tabelle B.1, aufgeführten Klassen nicht regulierter Verbindungen werden nach dem gleichen Prinzip wie die regulierten Verbindungen behandelt.

5 Reagenzien

Die nachfolgend verwendeten Chemikalien müssen von der jeweils festgelegten Reinheit sein.

5.1 Destilliertes oder deionisiertes Wasser, mindestens Qualität 3, wie in ISO 3696 festgelegt.

5.2 Methanol, CAS 67-56-1, HPLC-Reinheitsgrad.

5.3 Ammoniumacetat, CAS 631-61-8, analysenrein.

5.4 Stammlösungen der Referenzverbindungen, Reinheit > 95 % für die Reinsubstanz.

Lösungen der in Anhang A und Anhang B aufgeführten Referenzverbindungen sind im Handel erhältlich. Diese sollten auf die erforderlichen Konzentrationen verdünnt werden. Wenn Referenzverbindungen als Reinsubstanz erhalten werden, sind beispielsweise 100 mg jedes Standards einzeln in einen 100-ml-Messkolben einzuwiegen und mit Methanol (5.2) bis zur Marke aufzufüllen. Diese Lösung ist mit Methanol in einem Verhältnis von 1 : 1 000 zu verdünnen, um eine Stammlösung mit 1 000 µg/l herzustellen.

5.5 Lösungen der Zielverbindungen

Von jeder Zielverbindung ist eine 500-µg/l-Lösung durch Verdünnen der 1 000-µg/l-Stammlösungen der Referenzverbindungen (5.3) mit Methanol herzustellen.

Für die Zubereitung der Lösung der Zielverbindung sind zertifizierte Lösungen im Handel erhältlich. Der Reinheitsgrad und das Lösungsmittel sind zu überprüfen, um den Anforderungen dieser Norm zu entsprechen.

5.6 Interner Standard

Es ist ein geeigneter interner Standard zu verwenden. Der Gehalt an Verunreinigungen im internen Standard sollte vor der Verwendung jeder neuen Charge bestimmt werden.

Beispiele für geeignete isotoopenmarkierte interne Standards sind:

- Perfluor-[1,2,3,4-¹³C₄]-octansäure, [isotoopenmarkierte PFOA];
- ¹³C_x-PFOS (z. B. [F(CF₂)₈SO₃⁻ H⁺]-, 1,2,3,4-¹³C₄);
- ¹⁸O_x-PFOS (z. B. [F(CF₂)₈SO₃⁻ H⁺]-, ¹⁸O₂).

Wenn andere Arten markierter interner Standards verfügbar werden, dürfen sie verwendet werden.

Vom internen Standard ist eine 1 000-µg/l-Lösung durch Verdünnen der handelsüblichen Lösung mit Methanol herzustellen.