

DIN EN ISO 787-28



ICS 87.060.10

**Allgemeine Prüfverfahren für Pigmente und Füllstoffe –
Teil 28: Bestimmung des Gesamtgehaltes an polychlorierten
Biphenylen (PCB) durch Auflösung, Reinigung und GC/MS
(ISO 787-28:2019);
Deutsche Fassung EN ISO 787-28:2020**

General methods of tests for pigments and extenders –
Part 28: Determination of total content of polychlorinated biphenyls (PCB) by dissolution,
cleanup and GC-MS (ISO 787-28:2019);
German version EN ISO 787-28:2020

Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge –
Partie 28: Détermination de la teneur totale en biphényles polychlorés dans les pigments
organiques par dissolution, purification et CG-SM (ISO 787-28:2019);
Version allemande EN ISO 787-28:2020

Gesamtumfang 30 Seiten

DIN-Normenausschuss Pigmente und Füllstoffe (NPF)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 787-28:2019 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 256 „Pigments, dyestuffs and extenders“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 787-28:2020 durch das Technische Komitee CEN/TC 298 „Pigmente und Füllstoffe“ übernommen, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 078-00-03 AA „Allgemeine Prüfverfahren für Farbmittel und Füllstoffe“ im DIN-Normenausschuss Pigmente und Füllstoffe (NPF).

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

ISO 15528	siehe	DIN EN ISO 15528
ISO 18451-1	siehe	DIN EN ISO 18451-1

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 15528, *Beschichtungsstoffe und Rohstoffe für Beschichtungsstoffe — Probenahme*

DIN EN ISO 18451-1, *Pigmente, Farbstoffe und Füllstoffe — Begriffe — Teil 1: Allgemeine Begriffe*

Deutsche Fassung

**Allgemeine Prüfverfahren für Pigmente und Füllstoffe —
Teil 28: Bestimmung des Gesamtgehaltes an polychlorierten
Biphenylen (PCB) durch Auflösung, Reinigung und GC/MS
(ISO 787-28:2019)**

General methods of tests for pigments and extenders —
Part 28: Determination of total content of
polychlorinated biphenyls (PCB) by dissolution, cleanup
and GC-MS (ISO 787-28:2019)

Méthodes générales d'essai des pigments et
matières de charge —
Partie 28: Détermination de la teneur totale en
biphényles polychlorés dans les pigments organiques
par dissolution, purification et CG-SM
(ISO 787-28:2019)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 28. September 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	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	7
5 Probenahme	7
6 Durchführung	7
6.1 Allgemeines	7
6.2 Aufreinigen, um störende Verbindungen zu entfernen	8
6.3 Trennung und Quantifizierung	8
7 Reagenzien	9
7.1 Sicherheitsvorkehrungen	9
7.2 Reagenzien, Lösemittel und Absorptionsmittel	9
7.3 Interne Referenzmaterialien für PCB, 13C12-markiert	10
7.4 Reinigungs-/Entsorgungsmittel	10
8 Gerät	10
9 Durchführung	12
9.1 Vorbereitung der Analysenprobe	12
9.2 Flüssig-Flüssig-Extraktion	13
9.2.1 Scheidetrichter	13
9.2.2 Ludwig-Extraktion	13
9.3 Aufreinigen	14
9.3.1 Allgemeines	14
9.3.2 Kieselgur-Schwefelsäure-Säule (optional)	14
9.3.3 Gelpermeations(Größenausschluss-)chromatographie/poröse Styrol-Divinylbenzol- Perlen-Säule (optional)	15
9.3.4 Mehrschichtsäulen (verbindlich vorgeschrieben)	16
9.3.5 Aluminiumoxidsäule (optional)	17
9.4 Vorbereitung der GC-Lösung und des GC-Verfahrens	18
9.5 Rechen- und Quantifizierungsverfahren	19
10 Prüfbericht	20
Anhang A (informativ) Nomenklatur der PCB	21
Literaturhinweise	28

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 787-28:2019 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 256 „Pigments, dyestuffs and extenders“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und vom Technischen Komitee CEN/TC 298 „Pigmente und Füllstoffe“ als EN ISO 787-28:2020 übernommen, 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 April 2021, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis April 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.

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 787-28:2019 wurde von CEN als EN ISO 787-28:2020 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 Technischen Komitee ISO/TC 256, *Pigments, dyestuffs and extenders* erarbeitet.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 787 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 <https://www.iso.org/members.html> zu finden.

Einleitung

Eine Reihe von Verfahren zur Quantifizierung von PCB in „Umweltproben“ oder Ölrückständen hat sich für Pigmente als unangemessen erwiesen, weil diese nur auf der Partikeloberfläche extrahieren, ohne Einschlüsse von Verunreinigungen im Kristallgitter von Pigmenten zu berücksichtigen (siehe die Literaturhinweise [1] bis [3]).

Auf das Auftreten und die Bildungsgrundsätze wird in den Literaturhinweisen [5], [6] und [8] eingegangen.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zum Bestimmen des Gesamtgehaltes an polychlorierten Biphenylen (PCB) fest, mit dessen Hilfe auf alle 209 möglichen Kongenere in Pigmentmaterialien zu prüfen ist.

Dieses Dokument gilt für einen Arbeitsbereich von 1 mg/kg bis 150 mg/kg. Der untere Quantifizierungsgrenzwert dieses Verfahrens liegt bei 1 mg/kg je Kongener. Ergebnisse unterhalb von 1 mg/kg werden nur als qualitativ angesehen.

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

ISO 18451-1, *Pigments, dyestuffs and extenders — Terminology — Part 1: General terms*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 18451-1 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 polychlorierte Biphenyle PCB

209 Kongenere, von mono- bis decachlorierten Biphenylen, die in homologe Gruppen, bestehend aus PCB-Kongeneren desselben Chlorierungsgrades, d. h. derselben Grundformel, eingeteilt werden können

Anmerkung 1 zum Begriff: Die allgemeine CAS-Nummer für polychlorierte Biphenyle lautet 1336-36-3. Für eine vollständige Auflistung der Kongenere mit ihren CAS-Nummern siehe Anhang A oder Literaturhinweis [5].

3.2 internes Referenzmaterial

Gemisch von festgelegten Mengen an ^{13}C -isotopenmarkierten PCB, das der frisch gewogenen Pigmentprobe direkt zugegeben wird

Anmerkung 1 zum Begriff: In der Folge sind keine Zugaben interner Referenzmaterialien zulässig. Es können nur Ersatzstandard-Referenzmaterialien zugegeben werden, um Wiederfindungsraten zu beurteilen, diese können aber weder als internes Referenzmaterial angesehen noch zur Quantifizierung verwendet werden.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die Massenspektrometrie geht von einem sehr großen linearen Bereich der Detektorempfindlichkeit aus, sodass eine Kalibrierung mit nur einer Menge üblicherweise ausreicht.

Anmerkung 3 zum Begriff: Im Falle bedeutender Abweichungen zwischen den Konzentrationen des Analyts und des Referenzmaterials ist es unter Umständen notwendig, die Quantifizierung (von Beginn an) durch eine zweite Analyse unter Verwendung eines in angemessener Weise angepassten Probengewichts zu bestätigen.

4 Kurzbeschreibung

Die hier angegebenen Grundsätze wurden anhand der Literaturhinweise [1] bis [4], [6] und [7] ausgearbeitet.

Die Anwendung von Verfahren zur Feststoffoberflächenextraktion bringt das Risiko einer Unterschätzung des tatsächlichen Gehalts um Größenordnungen mit sich. Diese Fehler werden häufig noch verstärkt, wenn die PCB-Quantifizierung anhand externer oder interner Referenzmaterialien vorgenommen wird, die nicht denselben Verlusten unterliegen wie die im Kristallgitter des Pigments eingeschlossenen Analyte.

5 Probenahme

Eine repräsentative Probe des zu prüfenden Produkts entnehmen, wie in ISO 15528 beschrieben.

Die Proben müssen die Konsistenz von trockenem Pulver haben. Flüchtige Anteile sollten bei der Bestimmung an einer Teilprobe, die von den für die PCB-Analysen verwendeten Teilproben getrennt wurde, kleiner als 1 % (Massenanteil) sein.

Die Proben müssen lichtgeschützt und in verschlossenen Glasflaschen oder -fläschchen aufbewahrt werden.

Proben, die mutmaßlich einen hohen Gehalt an Verunreinigungen haben, müssen in speziell dafür vorgesehenen Glasgeräten behandelt und von allen anderen Laborgeräten getrennt gehalten werden; die Probenmasse darf verringert und die Mengen der internen Referenzmaterialien dürfen verdoppelt werden, um den möglicherweise höheren Graden der durch die Verunreinigungen bedingten Störungen gerecht zu werden. Es wird empfohlen, einen Screening-Vorlauf durchzuführen, um eine Überlastung des Detektors zu vermeiden.

Bei der Brom-Detektion oder bei Anwesenheit von teilweise bromierten Proben (z. B. C.I. Pigment Rot 168, C.I. Pigment Grün 36) ist wegen des Auftretens von „gemischten“ halogenierten aromatischen Verbindungen mit besonderer Vorsicht vorzugehen. Die Analyse kann fortgesetzt werden, wenn die Ergebnisse auf Nicht-Interferenz überprüft werden (siehe 9.5).

6 Durchführung

6.1 Allgemeines

Dieses Verfahren erfordert die strikte Einhaltung der Reihenfolge der folgenden Schritte:

- Wägen der Probe;
- Zugabe des internen Referenzmaterials und gründliches Mischen;
- Lösen in konzentrierter Schwefelsäure von 92 % (Massenanteil) bis 95 % (Massenanteil);
- Behandeln des Gemisches im Ultraschallbad, bis es vollständig gelöst ist und eine homogene dunkle Lösung in der Schwefelsäurephase entstanden ist. Die Temperatur muss durchgehend unter einem Wert von 50 °C gehalten werden, z. B. durch Umwälzen oder kontinuierlichen Austausch des Wassers im Ultraschallbad.

ANMERKUNG 1 Die Anwendung dieses Konzentrationsbereiches vermeidet, dass es in wesentlichem Ausmaß zu Aufschluss und Umlagerung von mono- und dichlorierten Biphenylen kommt.

ANMERKUNG 2 Dass das Gemisch in ausreichendem Maße gelöst ist, wird dadurch angezeigt, dass sich kein Tyndall-Effekt (d. h. keine Streuung eines vorzugsweise blauen Lichtstrahls durch die Lösung) feststellen lässt.