

DIN EN 1409

ICS 71.100.80

Entwurf

Einsprüche bis 2022-07-13
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 1409:2008-04

**Produkte zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch –
Polyamine;
Deutsche und Englische Fassung prEN 1409:2022**

Chemicals used for water treatment intended for human consumption –
Polyamines;
German and English version prEN 1409:2022

Produits chimiques utilisés pour le traitement de l'eau destinée à la consommation
humaine –
Polyamines;
Version allemande et anglaise prEN 1409:2022

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2022-05-13 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an naw@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW), 10772 Berlin oder Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 52 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 1409:2022) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 164 „Wasserversorgung“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 119-07-13 AA „Aufbereitungsstoffe und -anlagen“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

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 1409:2008-04 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Aktualisierung in Bezug auf die geltende Gesetzgebung;
- b) in Abschnitt 8.3 bezüglich der Transportvorschriften und Kennzeichnung folgender Satz hinzugefügt: „Dem Anwender müssen die Unvereinbarkeiten von zu transportierenden Produkten bewusst sein.“;
- c) Abschnitt 8.4 über Beschriftungen überarbeitet. Die Beschriftungsanforderungen gelten auch für die beigelegten Dokumente.

Produkte zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch – Polyamine

Chemicals used for water treatment intended for human consumption – Polyamines

Produits chimiques utilisés pour le traitement de l'eau destinée à la consommation humaine – Polyamines

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Beschreibung	6
4.1 Identifizierung	6
4.1.1 Chemische Bezeichnung(en)	6
4.1.2 Synonym(e) oder allgemeine Bezeichnung(en)	6
4.1.3 Relative molekulare Masse	6
4.1.4 Summenformel	6
4.1.5 Chemische Formel	7
4.1.6 CAS-Registrier-Nummern	7
4.1.7 EINECS-Nummer	7
4.2 Handelsform	8
5 Physikalische Eigenschaften	8
5.1 Äußere Form	8
5.2 Dichte	8
5.3 Löslichkeit	8
5.4 Dampfdruck	8
5.5 Siedepunkt bei 100 kPa	8
5.6 Gefrierpunkt	8
5.7 Spezifische Wärme	8
5.8 Viskosität (dynamische)	8
5.9 Kritische Temperatur	8
5.10 Kritischer Druck	9
5.11 Mechanische Härte	9
6 Chemische Eigenschaften	9
6.1 Allgemeines	9
6.2 Reinheitskriterien	9
6.2.1 Allgemeines	9
6.2.2 Verunreinigungen und Hauptnebenbestandteile	9
6.3 Zusammensetzung des Handelsproduktes	10
6.4 Chemische Parameter	10
7 Prüfverfahren	10
7.1 Probenahme	10
7.1.1 Allgemeines	10
7.1.2 Probenahme aus Fässern und Flaschen	10
7.2 Analysen	11
7.2.1 Allgemeines	11
7.2.2 Hauptprodukt	11
7.2.3 Verunreinigungen	13
8 Kennzeichnung – Transport – Lagerung	20
8.1 Lieferformen	20
8.2 Kennzeichnung nach EU-Recht	20
8.3 Transportvorschriften und -kennzeichnung	21
8.4 Produktkennzeichnung	21
8.5 Lagerung	21
8.5.1 Langzeitstabilität	21
8.5.2 Unzulässige Lagerungsbedingungen	22
Anhang A (informativ) Allgemeine Angaben zu Polyaminen	23

A.1	Herkunft	23
A.1.1	Rohstoffe	23
A.1.2	Herstellungsverfahren	23
A.2	Anwendung	23
A.2.1	Funktion	23
A.2.2	Anwendungsform des Produkts	23
A.2.3	Dosiermenge	23
A.2.4	Dosiermittel	23
A.2.5	Nebeneffekte	23
A.2.6	Entfernen des überschüssigen Produkts	23
A.3	Regeln für die sichere Handhabung und Verwendung	24
A.4	Verhalten im Notfall	24
A.4.1	Erste Hilfe	24
A.4.2	Unbeabsichtigte Freisetzung	24
A.4.3	Brandrisiko	24
	Literaturhinweise	25

Bilder

Bild 1 — Reaktion von Dimethylamin mit Epichlorhydrin	7
--	----------

Tabellen

Tabelle 1 — Verunreinigung/Nebenbestandteil	9
Tabelle 2 — Kennzeichnung von Polyamin	21

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 1409:2022) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 164 „Wasserversorgung“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 1409:2008 ersetzen.

Im Vergleich zur vorherigen Ausgabe EN 1409:2008 wurden folgende technische Änderungen vorgenommen:

- a) Aktualisierung in Übereinstimmung mit den aktuellen Rechtsvorschriften;
- b) 8.3 „Transportvorschriften und -kennzeichnung“ wurde geändert. Der Satz „Der Anwender muss die Unverträglichkeiten zwischen den transportierten Produkten kennen.“ wurde hinzugefügt;
- c) 8.4 „Produktkennzeichnung“ wurde geändert. Die Anforderungen an die Produktkennzeichnung werden auch auf die Begleitdokumente angewendet.

Einleitung

Hinsichtlich möglicher nachteiliger Auswirkungen des in diesem Dokument beschriebenen Produktes auf die Qualität des für den menschlichen Gebrauch bestimmten Wassers wird auf Folgendes hingewiesen:

- 1) dieses Dokument enthält keine Angaben darüber, ob das Produkt in den einzelnen Mitgliedstaaten der EU oder der EFTA ohne Einschränkungen angewendet werden darf;
- 2) es sollte beachtet werden, dass vorhandene nationale Vorschriften über die Verwendung und/oder die Eigenschaften dieses Produktes gültig bleiben, bis entsprechende europäische Regelungen verabschiedet worden sind.

ANMERKUNG Eine Übereinstimmung mit diesem Dokument bedeutet keine gleichzeitige Annahme oder Zulassung des Produktes in einem der Mitgliedsländer der EU oder der EFTA. Die Anwendung des in diesem Dokument beschriebenen Produktes unterliegt den jeweiligen Regelungen der nationalen autorisierten Stellen.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument gilt für Polyamine zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch. Es beschreibt die Eigenschaften von Polyaminen und legt die Anforderungen sowie die entsprechenden Prüfverfahren für Polyamine fest. Es enthält Angaben zur Anwendung von Polyaminen in der Wasseraufbereitung.

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).

EN ISO 3696:1995, *Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696:1987)*

ISO 3165:1976, *Sampling of chemical products for industrial use — Safety in sampling*

ISO 6206:1979, *Chemical products for industrial use — Sampling — Vocabulary*

3 Begriffe

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

4 Beschreibung

4.1 Identifizierung

4.1.1 Chemische Bezeichnung(en)

(Di)Methylamin-Epichlorhydrin-Harz.

4.1.2 Synonym(e) oder allgemeine Bezeichnung(en)

- Polyamin
- Polyalkylenamin
- polyquaternäre Salze

ANMERKUNG Die allgemeineren Bezeichnungen wie „quaternärer Ammonium-Polyelektrolyt“, „kationisches Polymer“, „kationischer Polyelektrolyt“, „koagulierendes Polymer“ und „kationisches Flockungsmittel“ werden ebenfalls verwendet, können aber auch für weitere Chemikalien gebraucht werden, auf die in anderen Europäischen Normen Bezug genommen wird.

4.1.3 Relative molekulare Masse

Typisch ist der Bereich von 10 000 bis 1 Million Dalton.

4.1.4 Summenformel

— $-(C_aH_bN_cO_dCl_e)_n-$

Dabei ist/sind

n vom Produkt abhängig;

a, b, c, d und e variabel in Abhängigkeit von den verwendeten Reaktionspartnern und von deren molaren Verhältnissen.

4.1.5 Chemische Formel

Die folgende Formel (Bild 1) zeigt typische Strukturen aus der Reaktion von Dimethylamin mit Epichlorhydrin.

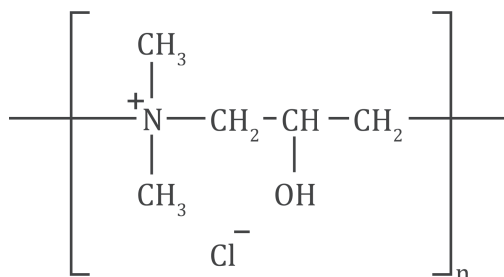


Bild 1 — Reaktion von Dimethylamin mit Epichlorhydrin

Dabei ist

n vom Produkt abhängig.

4.1.6 CAS-Registrier-Nummern¹⁾

- 25988-97-0
- 68583-79-1
- 42751-79-1
- 31568-35-1
- 52722-38-0
- 42751-81-5
- 68409-70-1

ANMERKUNG Diese Auflistung ist nicht vollständig: Polyamine mit anderen CAS-Nummern werden ebenfalls in der Wasseraufbereitung verwendet.

4.1.7 EINECS-Nummer²⁾

Die Übereinstimmung von Polymeren mit dem EINECS wird auf Grundlage der Monomere geprüft, aus denen sie zusammengesetzt sind. Daher gibt es keine EINECS-Nummern für Polymere.

Polymere sind nach der EU-Verordnung (EG) Nr. 1907/2006 (siehe [3], REACH) von der Registrierung ausgenommen.

1) Chemical Abstracts Service Registry Number.

2) Altstoffverzeichnis der EU (en: European Inventory of Existing Commercial Chemical Substances [EINECS]).

Monomere Substanzen, alle anderen Substanzen in Form von monomeren Einheiten und chemische gebundene Substanzen können nach Artikel 6 der EU-Verordnung (EG) Nr. 1907/2006 einer Registrierungspflicht unterliegen.

4.2 Handelsform

Polyamine im Sinne dieser Norm sind wässrige Lösungen mit einer Konzentration (Gehalt an aktiver Substanz) von etwa 20 % bis 50 % (Massenanteil) (siehe 7.2.2.2).

Für zusätzliche Informationen zu Polyaminen siehe Anhang A.

5 Physikalische Eigenschaften

5.1 Äußere Form

Das Produkt ist eine klare, farblose bis bernsteinfarbene Flüssigkeit.

5.2 Dichte

Die Dichte der Lösung ist von der Konzentration abhängig. Ein typischer Wert ist 1,16 g/ml für einen Massenanteil an Polyamin von 50 % bei 20 °C.

5.3 Löslichkeit

Das Produkt ist mischbar mit Wasser bei allen Konzentrationen.

5.4 Dampfdruck

Ein typischer Wert ist 2,4 kPa für einen Massenanteil an Polyamin von 50 % bei 20 °C

5.5 Siedepunkt bei 100 kPa³⁾

Ein typischer Wert ist 101 °C für einen Massenanteil an Polyamin von 50 %.

5.6 Gefrierpunkt

Ein typischer Wert ist –7 °C für einen Massenanteil an Polyamin von 50 %.

5.7 Spezifische Wärme

Ein typischer Wert ist 3,13 kJ/kg·K für einen Massenanteil an Polyamin von 50 %.

5.8 Viskosität (dynamische)

Die Viskosität ist abhängig von der molekularen Masse und dem Gehalt des Produktes an aktiver Substanz. Ein typischer Wert ist 400 mPa·s für einen Massenanteil an Polyamin von 50 % bei 20 °C.

5.9 Kritische Temperatur

Nicht anwendbar.

3) 100 kPa = 1 bar.

5.10 Kritischer Druck

Nicht anwendbar.

5.11 Mechanische Härte

Nicht anwendbar.

6 Chemische Eigenschaften

6.1 Allgemeines

Polyamine sind ungefährliche Stoffe und von sich aus nicht reaktiv. Jedoch tritt wie bei vielen anderen organischen Verbindungen eine heftige exotherme Reaktion auf, wenn sie mit starken Säuren oder starken Oxidationsmitteln in Kontakt gebracht werden.

ANMERKUNG In verdünnter Lösung kann eine Reaktion mit oder Zersetzung durch einige(n) Desinfektions- und Oxidationsmittel(n) auftreten, die bei der Wasseraufbereitung angewendet werden.

6.2 Reinheitskriterien

6.2.1 Allgemeines

Dieses Dokument gibt die Mindestreinheitskriterien für Polyamine zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch an. Grenzwerte sind für solche Verunreinigungen angegeben worden, die häufig im Produkt auftreten. Wenn die Rohstoffe oder das Herstellungsverfahren zum Auftreten anderer Verunreinigungen führen, ist dies dem Anwender und falls notwendig den zuständigen Behörden mitzuteilen.

Grenzwerte sind für solche Verunreinigungen und chemischen Parameter angegeben worden, die in signifikanten Mengen aus den angewandten Herstellungsverfahren und Rohstoffen stammen können. Wenn das Herstellungsverfahren oder die Rohstoffe zum Auftreten signifikanter Mengen von Verunreinigungen, Nebenbestandteilen oder Zusätzen führen, ist dies dem Anwender mitzuteilen.

Anwender dieses Produktes sollten auf der Grundlage der nationalen Bestimmungen prüfen, ob dieses einen geeigneten Reinheitsgrad für die Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch besitzt, und dabei die Rohwasserbeschaffenheit, die erforderliche Dosierung, den Gehalt an anderen Verunreinigungen und von im Produkt enthaltenen Begleitstoffen, die nicht in dieser Produktnorm benannt sind, in Betracht ziehen.

6.2.2 Verunreinigungen und Hauptnebenbestandteile

Das Produkt muss den Anforderungen nach Tabelle 1 entsprechen.

Tabelle 1 — Verunreinigung/Nebenbestandteil

Verunreinigung/Nebenbestandteil	Grenzwert mg/kg aktive Substanz
3-Chlor-1,2-propandiol	40
1,3-Dichlor-2-propanol	40
2,3-Dichlor-1-propanol	40

In Bezug auf Rohstoffe und Herstellungsprozess (siehe A.1) gibt es keine bedeutenden Konzentrationen an zusätzlichen Reaktionspartnern oder Nebenbestandteilen, die für die Anwendung dieser Produkte in der Trinkwasseraufbereitung relevant sind.

6.3 Zusammensetzung des Handelsproduktes

Polyamine müssen folgenden Anforderungen entsprechen:

- die Substanz muss frei von sichtbarem unlöslichem Gel oder von Fremdbestandteilen sein;
- der pH-Wert muss im Bereich von 4 bis 7 liegen.

ANMERKUNG Verschiedene Parameter können im Rahmen der Bewertung der Produktqualität geprüft werden (siehe 7.2.2).

6.4 Chemische Parameter

Die Produkte dürfen nicht mehr als 10 mg Epichlorhydrin (CAS-Nr. 106-89-8) je Kilogramm aktives Polymer enthalten.

ANMERKUNG Weitere chemische Parameter und Indikatorparameter nach der Auflistung in der EG-Richtlinie 98/83/EG (siehe [1]) sind für Polyacrylamide nicht relevant, da sie nicht in den im Herstellungsprozess angewendeten Rohstoffen enthalten und keine Nebenprodukte des Herstellungsprozesses sind.

7 Prüfverfahren

7.1 Probenahme

7.1.1 Allgemeines

Die Empfehlungen nach ISO 3165:1976 und ISO 6206:1979 sind zu beachten.

Eine repräsentative Probe des flüssigen Produktes von ausreichender Masse ist unmittelbar nach der Herstellung des Produktes oder aus (einem) soeben geöffneten Gebinde(n) zu entnehmen. Die Probe ist eindeutig zu kennzeichnen mit dem Namen oder Code des Produktes, der Chargennummer, der Art des/der beprobten Behälter(s) und dem Datum der Probenahme. Vergleichsmuster sind entsprechend der vom Hersteller/Lieferanten angegebenen Lebensdauer des Produktes aufzubewahren.

7.1.2 Probenahme aus Fässern und Flaschen

7.1.2.1 Allgemeines

Den Inhalt jedes Behälters, aus dem Proben entnommen werden sollen, durch Schütteln, Rollen oder Kippen des Behälters von einer Seite zur anderen mischen, ohne dabei die Behälter zu beschädigen oder Flüssigkeit zu verschütten.

Sollte der Behälter so ausgebildet sein (z. B. in Form einer enghalsigen Flasche), dass es praktisch unmöglich ist, ein übliches Werkzeug zur Probenahme zu benutzen, die Proben durch Abgießen nehmen, nachdem der Inhalt gründlich gemischt worden ist. Andernfalls wie in 7.1.2.1 beschrieben verfahren.

Die Oberfläche der Flüssigkeit prüfen. Falls es Anzeichen für eine Oberflächenkontamination gibt, die Proben wie in 7.1.2.2 beschrieben von der Oberfläche nehmen. Andernfalls die Proben wie in 7.1.2.3 beschrieben nehmen.

7.1.2.2 Probenahme von der Oberfläche

Die Probe mit Hilfe eines geeigneten Schöpflöffels nehmen. Den Löffel so weit in die Flüssigkeit eintauchen, bis der Rand soeben unterhalb der Flüssigkeitsoberfläche ist, so dass die Oberflächenschicht hineinlaufen kann. Den Schöpflöffel herausnehmen, bevor er vollständig gefüllt ist, und die anhaftende Flüssigkeit abtropfen lassen. Den Vorgang, wenn nötig, wiederholen, bis bei vergleichbarer Probenahme aus weiteren ausgewählten Behältern das für die nachfolgende Analyse erforderliche Gesamtprobenvolumen ausreicht.

7.1.2.3 Probenahme vom Behälterboden

Die Probe mit Hilfe eines offenen Probenahmerohres oder eines Probenahmerohres mit Bodenventil nehmen; das Probenahmerohr ist auf die Größe des Behälters und die Viskosität der Flüssigkeit abzustimmen.

Bei Verwendung eines offenen Probenahmerohres dieses oben verschließen und das untere Ende bis zum Boden des Behälters eintauchen. Das Probenahmerohr öffnen und so schnell über den Boden des Behälters führen, dass der Behälterboden durchquert ist, bevor das Rohr gefüllt ist. Das Rohr verschließen und aus dem Behälter entnehmen und außen anhaftende Flüssigkeit abtropfen lassen.

Bei Verwendung eines Probenahmerohres mit Bodenventil dieses schließen, bevor das Rohr in den Behälter eintaucht, dann in gleicher Weise wie bei einem offenen Probenahmerohr verfahren.

7.1.2.4 Probenahme aus Tanks und Tankfahrzeugen

Von jeder zugänglichen Stelle die Proben wie folgt nehmen:

- von der Oberfläche der Flüssigkeit mit Hilfe eines Schöpflöffels wie in 7.1.2.2 beschrieben;
- vom Boden des Tanks oder Tankfahrzeugs mit Hilfe eines Probenahmerohres wie in 7.1.2.3 beschrieben oder mit Hilfe eines speziell angefertigten Apparates zur Probenahme vom Behälterboden;
- abhängig von der Gesamttiefe von einer oder mehreren Positionen zwischen der Oberfläche und dem Boden des Behälters, unter Verwendung eines beschwerten Probenahmegefäßes.

7.2 Analysen

7.2.1 Allgemeines

Falls nicht anders festgelegt, müssen alle Reagenzien von anerkannter Analysenqualität sein. Das verwendete Wasser muss der Qualität 2 nach EN ISO 3696:1995 entsprechen.

7.2.2 Hauptprodukt

7.2.2.1 Messung des pH-Wertes

Der pH-Wert wird am unverdünnten Produkt bei einer Temperatur von 20 °C mit einem pH-Messgerät gemessen. Das Gerät muss vor der Messung mit Hilfe einer Bezugspufferlösung mit einem pH-Wert von etwa 7,0 kalibriert werden.

7.2.2.2 Bestimmung des Gehaltes an aktiver Substanz

Der Gehalt an aktiver Substanz, d.h. Polyamin, in einer Probe des Produktes wird nach einem Verfahren bestimmt, bei dem davon ausgegangen wird, dass das Produkt eine wässrige Lösung ist, die Polyamin und anorganische Metallsalze enthält. Der Gehalt an aktiver Substanz, angegeben als prozentualer Massenanteil an Polyamin, ergibt sich nach folgender Gleichung:

$$C_0 = C_1 - C_2$$

Dabei ist

C_0 der Massenanteil an Polyamin in Prozent;

C_1 der Massenanteil an Trockensubstanz in Prozent (siehe 7.2.2.3);

C_2 der Massenanteil an anorganischen Metallsalzen in Prozent (siehe 7.2.3.2).

Das Ergebnis ist auf zwei Dezimalstellen anzugeben.

ANMERKUNG Dieses Verfahren neigt zu einer leichten Überschätzung des Gehaltes an aktiver Substanz, wenn das Produkt Ammoniumsalze enthält, da sich diese bei der Veraschung verflüchtigen.

7.2.2.3 Bestimmung des Gehaltes an Trockensubstanz

7.2.2.3.1 Kurzbeschreibung

Das Produkt wird durch Erwärmen getrocknet, und die Massendifferenz wird gravimetrisch bestimmt.

7.2.2.3.2 Geräte

Übliche Labor- und Glasgeräte sowie:

7.2.2.3.2.1 Waage, mit einer Fehlergrenze von 0,1 mg.

7.2.2.3.2.2 Trockenschrank, geeignet, eine Temperatur von $(110 \pm 1)^\circ\text{C}$ aufrechtzuerhalten, und mit Entlüftung über einen Abzug.

7.2.2.3.2.3 Exsikkator mit getrocknetem Silicagel.

7.2.2.3.2.4 Porzellantiegel, 57 mm Durchmesser.

7.2.2.3.3 Durchführung

Den Porzellantiegel (7.2.2.3.2.4) für mindestens 10 min bei 110°C in den Trockenschrank (7.2.2.3.2.2) geben.

Den Tiegel aus dem Trockenschrank entnehmen und im Exsikkator (7.2.2.3.2.3) mindestens 10 min abkühlen lassen.

Den Tiegel auf 0,1 mg wägen.

Die Probe in ihrem Behälter schütteln, um sicherzustellen, dass sie homogen ist.

Eine Probenmenge von 1 g bis 2 g der Produktprobe in den Tiegel geben und auf 0,1 mg wägen.

Den Tiegel für 2 h bei 110°C in den Trockenschrank geben.

Anschließend den Tiegel direkt aus dem Trockenschrank in den Exsikkator überführen und für mindestens 10 min abkühlen lassen.

Den Tiegel mit dem Trockenrückstand auf 0,1 mg wägen.

7.2.2.3.4 Angabe der Ergebnisse

7.2.2.3.4.1 Berechnungsverfahren

Der Gehalt an Trockensubstanz, C_1 , angegeben als Massenanteil des Produktes in Prozent, ergibt sich nach der Gleichung:

$$C_1 = \frac{(m_3 - m_1)}{(m_2 - m_1)} \times 100$$

Dabei ist

m_1 die Masse des Tiegels, in Gramm;

m_2 die Masse des Tiegels und der nassen Probe, in Gramm;

m_3 die Masse des Tiegels und der getrockneten Probe, in Gramm.

Das Ergebnis ist auf zwei Dezimalstellen anzugeben.

7.2.2.3.4.2 Präzision

Die absolute Differenz zwischen zwei einzelnen Prüfergebnissen, die unter Wiederholbedingungen (siehe Anmerkung) erzielt wurden, sollte nicht größer sein als der Wert für die Wiederholgrenze r , der sich aus folgender Gleichung ergibt:

$$r = 0,05 z$$

Dabei ist

r die Wiederholgrenze;

z der Mittelwert der beiden Prüfergebnisse, angegeben als Massenanteil in Prozent.

ANMERKUNG Wiederholbedingungen liegen vor, wenn unter Anwendung desselben Verfahrens mit identischem Versuchsmaterial, im selben Labor, durch denselben Prüfer bei Anwendung derselben Laboreinrichtungen und -geräte innerhalb kurzer Zeit voneinander unabhängige Ergebnisse erhalten werden.

7.2.2.4 Prüfverfahren zur Beurteilung der Produktqualität

Falls zusätzliche Anforderungen zwischen dem Kunden und dem Hersteller/Lieferanten vereinbart wurden, so müssen, falls erforderlich, die letzteren die erforderlichen Prüfverfahren bereitstellen, so dass der Kunde selbst die Qualitätskontrolle durchführen kann.

Ein Analysenzertifikat muss auf Anforderung vom Hersteller/Lieferanten bereitgestellt werden.

ANMERKUNG Es kann eine Reihe physikalischer/chemischer Prüfungen seitens des Herstellers durchgeführt werden, um die gleichbleibende Qualität des an die Kunden gelieferten Produktes sicherzustellen. So wird z. B. üblicherweise die Viskosität von Produktlösungen unter streng kontrollierten Bedingungen gemessen. Der gemessene Wert für die Viskosität stellt eine verlässliche Angabe bezüglich der relativen molekularen Masse dar, wenn Chargen eines bestimmten Produktes untereinander verglichen werden; er hat jedoch keine Aussagekraft bezüglich des absoluten Wertes, da die Viskosität sehr stark von der Produktzusammensetzung, dem Herstellungsverfahren für die Lösung, der Messeinrichtung und den gewählten Prüfbedingungen abhängt. Weitere mögliche Prüfungen umfassen, je nach Produkt und Hersteller/Lieferant, die Bestimmung der Ionenladung und die Infrarot-Spektroskopie-Analyse.

7.2.3 Verunreinigungen

7.2.3.1 Bestimmung des Gehaltes an Epichlorhydrin, 1,3-Dichlor-2-propanol, 2,3-Dichlor-1-propanol und 3-Chlor-1,2-propandiol

7.2.3.1.1 Kurzbeschreibung

Epichlorhydrin, 1,3-Dichlor-2-propanol, 2,3-Dichlor-1-propanol und 3-Chlor-1,2-propandiol werden mit tert-Butylmethylether aus dem Polymer extrahiert, danach abgetrennt und mittels Gaschromatographie (GC) quantitativ bestimmt.

Da 1,3-Dichlor-2-propanol, 2,3-Dichlor-1-propanol und 3-Chlor-1,2-propandiol Nebenbestandteile von Epichlorhydrin sind, ist es nicht erforderlich, die Bestimmung von Epichlorhydrin in die Analyse des Endproduktes mit einzubeziehen.

7.2.3.1.2 Geräte

Übliche Labor- und Glasgeräte sowie:

7.2.3.1.2.1 **Gaschromatograph mit Flammenionisationsdetektor (FID);**

7.2.3.1.2.2 **Integrator, Datenerfassung durch Integration;**

7.2.3.1.2.3 **Waage**, mit einer Fehlergrenze von 0,1 mg;

7.2.3.1.2.4 **Säule**, HP Ultra 2 (5 % Diphenylsiloxan, 95 % Dimethylsiloxan), 25 m × 0,2 mm, Filmdicke 0,33 µm oder äquivalente Säule;

7.2.3.1.2.5 **Spritze**, GC, 10 µl;

7.2.3.1.2.6 **Glasflasche**, Fassungsvermögen ungefähr 120 ml, mit Polytetrafluorethylen-(PTFE-)beschichtetem Schraubverschluss;

7.2.3.1.2.7 **Laborschüttelgerät;**

7.2.3.1.2.8 **Pipetten**, Einmal-Pasteurpipetten;

7.2.3.1.2.9 **Glasfläschchen**, 2 ml, mit Septum und Bördel- oder Schraubverschluss.

7.2.3.1.3 Reagenzien

7.2.3.1.3.1 **Epichlorhydrin (ECH)**, CAS-Nr. 106-89-8, analysenrein

7.2.3.1.3.2 **1,3-Dichlor-2-propanol (1,3-DCP)**, CAS-Nr. 96-23-1, analysenrein

7.2.3.1.3.3 **2,3-Dichlor-1-propanol (2,3-DCP)**, CAS-Nr. 616-23-9, analysenrein

7.2.3.1.3.4 **Tert-Butylmethylether (TBME)**, CAS-Nr. 1634-04-4, analysenrein

7.2.3.1.3.5 **3-Chlor-1,2-propandiol (MCPD)**, CAS-Nr. 96-24-2, analysenrein

ANMERKUNG Bezüglich Epichlorhydrin, 1,3-Dichlor-2-propanol, 2,3-Dichlor-1-propanol und 3-Chlor-1,2-propandiol kann vom Lieferanten ein Analysenzertifikat mit den Analysenwerten (Gehalte) bezogen werden.

7.2.3.1.3.6 ECH-Standardstammlösung

(0,100 ± 0,05) g (*W*) ECH (7.2.3.1.3.1) in eine kleine Probenflasche aus Glas einwiegen und mit TBME (7.2.3.1.3.4) auf (100,0 ± 0,5) g (*T*) auffüllen. Die Flasche verschließen und intensiv schütteln, um den Inhalt zu mischen.

Die Konzentration an ECH, *C*(ECH), in Milligramm je Kilogramm wird wie folgt ermittelt:

$$C(ECH) = W \times \frac{P \times 10}{T}$$

Dabei ist

W die Masse des ECH, in Gramm;

P der Gehalt an ECH, angegeben als Massenanteil in Prozent;

T die Masse der ECH-Standardstammlösung, in Gramm.