

DIN EN 16128



ICS 11.040.70

Einsprüche bis 2024-08-21
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 16128:2016-02

Entwurf

**Augenoptik –
Referenzverfahren für die Bestimmung der Nickellässigkeit von
Brillenfassungen und Sonnenbrillen;
Deutsche und Englische Fassung prEN 16128:2024**

Ophthalmic optics –
Reference method for the testing of spectacle frames and sunglasses for nickel release;
German and English version prEN 16128:2024

Optique ophtalmique –
Méthode d'essai de référence relative à la libération du nickel par les montures de lunettes et
les lunettes de soleil;
Version allemande et anglaise prEN 16128:2024

Anwendungswarnvermerk

Dieser Entwurf mit Erscheinungsdatum 2024-06-21 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil das beabsichtigte Dokument 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 nafuo@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 Feinmechanik und Optik (NAFuO), Alexander-Wellendorff-Str. 2, 75172 Pforzheim.

Es wird gebeten, mit den Kommentaren zu diesem Entwurf jegliche relevanten Patentrechte, die bekannt sind, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 105 Seiten

DIN-Normenausschuss Feinmechanik und Optik (NAFuO)

Nationales Vorwort

Das Dokument prEN 16128:2024 wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 170 „Augenoptik“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitskreis NA 027-01-08-08 AK „Brillenfassungen“ im DIN-Normenausschuss Feinmechanik und Optik (NAFuO).

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.

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

ISO 17025	siehe	DIN EN ISO/IEC 17025
ISO 17294-2	siehe	DIN EN ISO 17294-2

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 16128:2016-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Abschnitt 4 wurde geändert, um eine bessere wissenschaftliche Erklärung dafür zu geben, warum eine Probe, die den Beschichtungstest nicht besteht, den Migrationstest bestehen kann. Außerdem wird darauf hingewiesen, dass der Beschichtungstest kein Screening-Test ist, da ein bestandener Test es ermöglicht, ein Produkt als REACH-konform zu kennzeichnen. Ein überarbeitetes Flussdiagramm (Bild 1) unterstreicht dieses;
- b) in Abschnitt 5 wird betont, dass, wenn eine Probe den Beschichtungstest nicht besteht, alle Teile der Probe mit dem Migrationstest getestet werden müssen, nicht nur der Teil, der nicht bestanden wurde;
- c) in Abschnitt 6 wird darauf hingewiesen, dass die Brillengläser in der Brillenfassung benötigt werden, um die Rille während des simulierten Verschleiß- und Korrosionsverfahrens zu schützen. Obwohl der neue Anhang er für EN 12472 gilt, enthält er Bilder von Halterungen, die verwendet werden können, um Probenrahmen in der Trommel zu halten;
- d) in den Abschnitten 7 und 8 wird auf den neuen informativen Anhang B verwiesen, der Hinweise dazu enthält, wo die Seiten zu prüfen sind. In beiden Fällen wird empfohlen, die Prüf- oder Dummy-Brillengläser während der Prüfungen in der Fassung zu belassen;
- e) ausführlichere Hinweise dazu, wo die Fassungen vor der Beschichtungsprüfung abzukleben sind, wurden in Abschnitt 7 aufgenommen. Die neuen Qualitätskontrollproben werden im neuen Anhang D erwähnt. Fotografische Aufzeichnungen der Proben sind nun im Prüfbericht erforderlich;
- f) Abschnitt 8 erlaubt nun die Verwendung eines hermetisch verschlossenen Schanks und eines Laborofens für den Migrationsprozess sowie einer Klimakammer. Die Konzentration der Kontrolllösung wurde verdoppelt und das Volumen halbiert, um eine Überlastung des Testpapiers zu vermeiden, das 10 % größer sein sollte. Auch hier sind nun fotografische Aufzeichnungen der Proben im Prüfbericht erforderlich;

- g) die Anhänge B, C und D enthalten fotografische Bilder zur Veranschaulichung der Probenvorbereitung, da sie eine bessere Klarheit als Zeichnungen bieten. Die Beispiele enthalten keine Herstellerkennzeichnungen und sollen in keiner Weise für einen bestimmten Hersteller oder ein bestimmtes Modell werben;
- h) Anhang E wurde dahingehend überarbeitet, dass empfohlen wird, die Dichtungsfolie über die Prüf- oder Blindgläser zu falten, anstatt sie um den Rand zu wickeln.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 17294-2, *Wasserbeschaffenheit — Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) — Teil 2: Bestimmung von ausgewählten Elementen einschließlich Uran-Isotope*

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

Juli 2024

prEN 16128

**Augenoptik – Referenzverfahren für die Bestimmung der Nickellässigkeit von
Brillenfassungen und Sonnenbrillen**

Ophthalmic optics – Reference method for the testing of spectacle frames and sunglasses for nickel release

Optique ophtalmique – Méthode d’essai de référence relative à la libération du nickel par les montures de lunettes et les lunettes de soleil

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Kurzbeschreibung	8
5 Auswahl der Prüfmuster	9
6 Simulation von Abrieb und Korrosion	10
6.1 Vorbereitung der Prüfmuster	10
6.2 Durchführung	11
7 Beschichtungsprüfung	12
7.1 Allgemeines	12
7.2 Geräte und Verbrauchsmaterialien	12
7.3 Vorbereitung der Prüfmuster für die Beschichtungsprüfung	13
7.3.1 Prüfbereiche	13
7.3.2 Demontage und/oder Schneiden und/oder Abdecken	13
7.3.3 Bestimmung der Prüffläche	15
7.3.4 Vorbereitung des elektrischen Kontaktbereichs	16
7.4 Zubereitung der Kochsalzlösung	16
7.5 Durchführung	16
7.5.1 Vorbereitung der elektrochemischen Zelle	16
7.5.2 Einbringung des Prüfstücks in die elektrochemische Zelle und Herstellung des elektrischen Kontakts	16
7.5.3 Bestimmung des freien Korrosionspotentials und Messung der elektrochemischen Impedanz der Prüfmuster	17
7.5.4 Kalibrierung und Überprüfung der Ausrüstung	18
7.6 Berechnung der Ergebnisse	18
7.6.1 Allgemeines	18
7.6.2 Kriterien für das Bestehen oder Nicht-Bestehen des Prüfmusters	18
7.7 Prüfbericht	18
8 Freisetzung von Nickel und dessen quantitative analytische Bestimmung (Migrationsprüfung)	20
8.1 Allgemeines	20
8.2 Geräte und Verbrauchsmaterialien	20
8.3 Vorbereitung der Prüfmuster für die Migrationsprüfung	22
8.3.1 Zu prüfende Teile — Allgemeines	22
8.3.2 Kleine zu prüfende Teile	22
8.3.3 Leitlinie für die Auswahl der Prüfbereiche auf den zu prüfenden Teilen	23
8.3.4 Demontage und Entfetten	23
8.4 Durchführung	23
8.4.1 Vorbereitung des Prüfpapiers einschließlich Bestimmung von dessen Fläche	23
8.4.2 Zubereitung der künstlichen Schweißlösung	25
8.4.3 Tränken des Prüfpapiers mit der künstlichen Schweißlösung und Aufbringen auf das Prüfmuster	26
8.4.4 Blindprobe	27
8.4.5 Inkubation des Prüfmusters mit dem aufgetragenen Prüfpapier (Nickelabgabe in das Papier)	27
8.4.6 Abnehmen des Prüfpapiers von den Prüfmustern	27
8.4.7 Analyse der Prüfpapier-Stücke auf Nickel	27
8.5 Berechnung der Ergebnisse der Migrationsprüfung	29
8.6 Auswertung der Ergebnisse der Migrationsprüfung	30

8.6.1	Allgemeines	30
8.6.2	Bewertung der Einhaltung des Grenzwerts	30
8.7	Prüfbericht	30
Anhang A (informativ) Beispiele für die Befestigung der Prüfmuster in der Drehtrommel nach EN 12472		33
Anhang B (normativ) Wo Bügel zu prüfen sind		34
B.1	Ein Messgerät	34
B.2	Konventionelle Fassungen	35
B.2.1	Konventioneller Bügel	35
B.2.2	Komplizierterer Bügel	36
B.3	Umlaufende Fassungen	37
B.4	Praktische Schritte	39
B.5	Begründung für die Wahl von 35 mm	39
B.6	Bügel ohne Federgelenk	39
Anhang C (informativ) Schneiden und Abdecken der Prüfmuster (Beschichtungsprüfung)		41
C.1	Mittelteile	41
C.2	Bügel	45
Anhang D (informativ) Qualitätskontrollmaterial für die Beschichtungsprüfung		47
Anhang E (normativ) Auswahl der Prüfbereiche und Aufbringen des Prüfpapiers (Migrationsprüfung)		48
E.1	Allgemeines	48
E.2	Fassungsränder	48
E.3	Brücke	50
E.4	Obere Brücke	50
E.5	Bügel	51
E.6	Dekorteile und Nasenpads mit metallhaltigen Oberflächen	53
E.7	Schrauben	53
Literaturhinweise		54

Bilder

Bild 1	— Schematischer Überblick über das Referenzverfahren	10
Bild A.1	— Beispiele für die Befestigung von Mittelteilen und Bügeln von Brillenfassungen für die simulierte Abriebprüfung nach EN 12472	33
Bild B.1	— Das Messgerät	34
Bild B.2	— Schematische Darstellung des Messgerätes	35
Bild B.3	— Eine konventionelle Fassung mit konventionellem Bügel mit Federgelenk	36
Bild B.4	— Ein komplizierterer Bügel	36
Bild B.5	— Die Schraube, für die die Migrationsprüfung erforderlich ist	37
Bild B.6	— Umlaufende Fassung einer Sportbrille	37
Bild B.7	— 3-teilige randlose Fassung mit großem Fassungsscheibenwinkel	38
Bild B.8	— Fassung einer Modebrille, mit großem Fassungsscheibenwinkel und mittels Schrauben befestigten Dekorteilen	38
Bild B.9	— Wo ein Bügel ohne Federgelenk nicht zu prüfen ist	40
Bild C.1	— Verfahren für die Prüfung von Mittelteilen	42
Bild C.2	— Verfahren für das Abdecken von Backen	43
Bild C.3	— Beispiele für das Abdecken eines Brillen-Mittelteils	45
Bild C.4	— Beispiele für das Abdecken und Prüfen von Bügeln	46
Bild E.1	— Schnittdarstellung eines Fassungsrandes, aus der die Prüffläche hervorgeht	49
Bild E.2	— Darstellung eines Fassungsmitteils mit Angabe der zu prüfenden Fläche der Fassungsränder (T, und falls erforderlich T1) sowie der Stellen, an denen der Abdichtbandstreifen aufgebracht werden muss	49
Bild E.3	— Darstellung eines Fassungsmitteils mit Angabe der Brücke und von deren Prüfbereich (T) sowie der Länge des Abdichtbandstreifens (f)	50

Bild E.4 — Darstellung eines Fassungsmitteleils mit Angabe der oberen Brücke und deren Prüfbereich (T) sowie der Länge des Abdichtbandstreifens (f)	51
Bild E.5 — Beispiel für einen breiten Bügel	52
Bild E.6 — Beispiel für einen schmalen Bügel	52
Bild E.7 — Beispiel für eine schematische Darstellung der Befestigung mehrerer Schrauben gemeinsam für die Prüfung	53

Tabellen

Tabelle 1 — Beispiel für die Darstellung der Prüfergebnisse der Beschichtungsprüfung	19
Tabelle 2 — Kombinationen der Prüfstücke bei der Migrationsprüfung	22
Tabelle 3 — Beispiel für die Darstellung der Prüfergebnisse der Migrationsprüfung	32

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 16128:2024) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 170 „Augenoptik“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 16128:2015 ersetzen.

EN 16128:2024 beinhaltet die folgenden wesentlichen technischen Änderungen im Vergleich zu EN 16128:2015:

- Abschnitt 4 wurde geändert, um eine bessere wissenschaftliche Erklärung dafür zu geben, warum ein Muster, das bei der Beschichtungsprüfung versagt, die Migrationsprüfung bestehen könnte. Ebenfalls angegeben wird, dass die Beschichtungsprüfung keine Schnellprüfung ist, da es zulässig ist, ein Produkt, das diese Prüfung besteht, als mit REACH übereinstimmend zu kennzeichnen. Ein überarbeitetes Ablaufdiagramm (Bild 1) bekräftigt dies;
- Abschnitt 5 hebt hervor, dass, falls ein Muster bei der Beschichtungsprüfung versagt, alle Teile des Musters der Migrationsprüfung unterzogen werden müssen, nicht nur der Teil, das versagt hat;
- Abschnitt 6 weist darauf hin, dass die Gläser in der Fassung erforderlich sind, um die Nut während des Verfahrens der Simulation von Abrieb und Korrosion zu schützen. Obwohl er für EN 12472 gilt, werden im neuen Anhang A Darstellungen von Halterungen bereitgestellt, die verwendet werden können, um Musterfassungen in der Drehtrommel zu halten;
- Abschnitt 7 und Abschnitt 8 verweisen auf den neuen informativen Anhang B bezüglich Empfehlungen dazu, wo Bügel zu prüfen sind. In beiden Abschnitten wird empfohlen, dass die Prüfgläser oder Stützscheiben bei den Prüfungen in der Fassung verbleiben;
- ausführlichere Empfehlungen dazu, wo Fassungen vor der Beschichtungsprüfung abzudecken sind, wurden in Abschnitt 7 bereitgestellt. Die neuen Qualitätskontrollmuster werden im neuen Anhang D erwähnt. Fotografische Aufzeichnungen der Muster sind nun im Prüfbericht erforderlich;
- Abschnitt 8 gestattet nun die Verwendung eines hermetisch abgedichteten Gehäuses und Laborofens für den Migrationsprozess sowie die Verwendung eines Klimaschranks. Die Konzentration der Kontrolllösung wurde verdoppelt und das Volumen halbiert, um eine Überlastung des Prüfpapier-Stückchens zu vermeiden, für das empfohlen wird, dass es 10 % größer ist. Auch hier sind nunmehr fotografische Aufzeichnungen der Muster im Prüfbericht erforderlich;
- in Anhang B, Anhang C und Anhang D sind nun fotografische Bilder zur Veranschaulichung der Probenvorbereitung enthalten, da diese für mehr Klarheit sorgen als Zeichnungen. Die dargestellten Beispiele enthalten keine Herstellerkennzeichnungen und sind keinesfalls dafür vorgesehen, einen bestimmten Hersteller oder ein bestimmtes Modell zu begünstigen;
- Anhang E wurde überarbeitet, um zu empfehlen, das Abdichtband über den Prüfgläsern oder Stützscheiben zu falten statt es um den Fassungsrand zu wickeln.

Dieses Dokument wurde im Rahmen eines Normungsauftrages erarbeitet, den die Europäische Kommission CEN erteilt hat. Der Ständige Ausschuss der EFTA-Staaten genehmigt anschließend diese Aufträge für die Mitgliedsstaaten.

Einleitung

Dieses Dokument wurde unter Mandat M/448 erarbeitet, das von der Europäischen Kommission im Zusammenhang mit der Verordnung (EG) Nr. 1907/2006, REACH, erteilt wurde, und zwar speziell in Bezug auf die Verordnung (EG) Nr. 552/2009 vom 22. Juni 2009 zur Änderung der Verordnung (EG) Nr. 1907/2006 des Europäischen Parlamentes und des Rates zur Registrierung, Bewertung, Zulassung und Beschränkung chemischer Stoffe (REACH) und deren Anhang XVII BESCHRÄNKUNGEN DER HERSTELLUNG, DES INVERKEHRBRINGENS UND DER VERWENDUNG BESTIMMTER GEFÄHRLICHER STOFFE, ZUBEREITUNGEN UND ERZEUGNISSE.

Ziel des Mandats war die Entwicklung eines neuen Analyseverfahrens zur Bestimmung der Nickellässigkeit von Brillenfassungen und Sonnenbrillen.

Das Vorliegen des neuen Referenzverfahrens für die Bestimmung der Nickellässigkeit wird den verlässlichen Rahmen zur Durchsetzung des in der Europäischen Verordnung festgelegten Grenzwertes für die Nickellässigkeit von $0,5 \mu\text{g} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{Woche}^{-1}$ (in der Verordnung angegeben als $0,5 \mu\text{g}/\text{cm}^2/\text{Woche}$) bieten. Es wird die einheitliche Umsetzung und Kontrolle der Europäischen Gesetzgebung in allen Mitgliedstaaten sicherstellen.

Die Harmonisierung des Prüfverfahrens für die Nickellässigkeit in allen Mitgliedstaaten ist eine wichtige Maßnahme zum wirksamen Schutz der Gesundheit des Endverbrauchers, d. h. des Brillenträgers. Nickelallergien sind noch immer die in Europa am häufigsten auftretenden Kontaktallergien und ein wichtiges Thema in puncto Gesundheit.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt das Referenzverfahren für die Prüfung der Nickellässigkeit von Brillenfassungen, Nah-Fertigbrillen, Sonnenbrillen sowie Brillenfassungen fest, die als Augen- und Gesichtsschutz angewendet werden.

Das Referenzverfahren unterstützt den Nachweis der Einhaltung des in der Europäischen Verordnung festgelegten Grenzwerts für die Nickellässigkeit von $0,5 \mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}\cdot\text{Woche}^{-1}$.

Das Referenzverfahren umfasst die in Bild 1 dargestellten und in Abschnitt 4 beschriebenen Verfahrensschritte.

Dieses Dokument gilt für diejenigen Teile von Metall-Brillenfassungen sowie diejenigen Metallteile von Kombinations-Brillenfassungen, die bestimmungsgemäß in direkten und länger dauernden Kontakt mit der Haut des Trägers kommen. Dieses Dokument gilt ebenfalls für die entsprechenden Metallteile von Nah-Fertigbrillen, Sonnenbrillen sowie Brillenfassungen zum Augen- und Gesichtsschutz.

ANMERKUNG Das Referenzverfahren für alle Produkte mit Ausnahme von Brillenfassungen, Nah-Fertigbrillen, Sonnenbrillen und Brillenfassungen zum Augen- und Gesichtsschutz ist in EN 1811 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).

EN 12472, *Simulierte Abrieb- und Korrosionsprüfung zum beschleunigten Nachweis der Nickelabgabe von mit Auflagen versehenen Gegenständen*

EN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen (ISO 3696)*

EN ISO 7998:2005, *Augenoptik — Brillenfassungen — Auflistung äquivalenter Begriffe und Vokabular (ISO 7998:2005)*

EN ISO 12870:2018, *Augenoptik — Brillenfassungen — Anforderungen und Prüfverfahren*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach EN ISO 12870:2018, EN ISO 7998:2005 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 <https://www.electropedia.org/>

3.1

Modell

Brillenfassung, Fertigbrille, Sonnenbrille oder anderes Produkt zum Augen- und Gesichtsschutz, nach derselben Konstruktion hergestellt, unter Verwendung gleicher Materialien und derselben Oberflächenbehandlung, und die/das in den Anwendungsbereich dieses Dokuments fällt

3.2

Prüfmuster

Brillenfassung, Fertigbrille, Sonnenbrille oder anderes Produkt zum Augen- und Gesichtsschutz, die/das zur Prüfung vorgelegt wird

3.3

Prüfstück

Teil eines Prüfmusters, der bestimmungsgemäß in direkten und länger dauernden Kontakt mit der Haut kommt und der zu prüfen ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Diese Teile sind in 7.3.1 (für die Beschichtungsprüfung) und in 8.3.1 (für die Migrationsprüfung) festgelegt.

3.4

Prüfpapier

für die Prüfung zugeschnittenes Stück Cellulose-Laborpapier, das bei einem beliebigen Verfahrensschritt verwendet wird

3.5

Extraktionslösung

nach der Extraktion der Nickelionen aus dem Prüfpapier erhaltene Lösung

3.6

geeignetes Werkzeug

Werkzeug, das die Durchführung des Verfahrens ermöglicht, ohne eine Kontamination durch Nickel oder andere Metall-Ionen zu verursachen, die vom Material des Werkzeugs oder von Rückständen auf diesem ausgehen

Anmerkung 1 zum Begriff: Solche Werkzeuge könnten aus Kunststoff, Titan oder nichtrostendem Stahl gefertigt sein.

3.7

geeignete Ausrüstung

Ausrüstung, die die Durchführung des Verfahrens ermöglicht, ohne eine Kontamination durch Nickel oder andere Metall-Ionen zu verursachen, die vom Material der Ausrüstung oder von Rückständen auf dieser ausgehen

3.8

elektrisch nichtleitende Beschichtung

Deckschicht auf einem Substrat, die keinen elektrischen Strom leitet und schützende und/oder dekorative Eigenschaften hat

Anmerkung 1 zum Begriff: Diese nichtleitenden Beschichtungen basieren im Allgemeinen auf organischen Polymeren.

4 Kurzbeschreibung

Im Anschluss an die Simulation von Abrieb und Korrosion nach dem in EN 12472 festgelegten Verfahren (siehe Abschnitt 6) umfasst das Referenzverfahren die folgenden beiden Prüfungen, von denen beide angewendet werden können, um Übereinstimmung zu beanspruchen:

- 1) Beschichtungsprüfung, nur anwendbar auf Prüfstücke mit elektrisch nichtleitender Beschichtung, basierend auf Elektroimpedanz-Spektroskopie (EIS) und festgelegt in Abschnitt 7. Das Ziel dieser Prüfung besteht darin nachzuweisen, dass die elektrisch nichtleitende Beschichtung in der Lage ist, jegliche Freisetzung von Metallionen aus dem Prüfmuster-Substrat wie durch die Impedanzschwelle angegeben zu begrenzen, und dadurch sicherzustellen, dass die Nickellässigkeit aus dem Prüfmuster den regulatorisch festgelegten Grenzwert nicht überschreitet. Die Beschichtungsprüfung ist eine Prüfung der Fähigkeit der elektrisch nichtleitenden Beschichtung, die Freisetzung von Metallionen aus dem Substrat des Prüfmusters zu verhindern.

- 2) Die Migrationsprüfung auf Nickellässigkeit, festgelegt in Abschnitt 8, ist eine quantitative Prüfung zur Bestimmung, ob die Nickellässigkeit des Modells den regulatorisch festgelegten Grenzwert überschreitet oder nicht. Die Migrationsprüfung umfasst zwei Schritte: Freisetzung von Nickel durch künstliche Schweißlösung in ein Prüfpapier und anschließende quantitative analytische Bestimmung des in das Papier abgegebenen Nickels.

Falls ein Teil des Musters bei der Beschichtungsprüfung versagt, kann dieser Teil desselben Prüfmusters erneut der Beschichtungsprüfung unterzogen werden (7.5.3).

Falls ein Prüfmuster die Beschichtungsprüfung nicht besteht und der Auftraggeber des Labors die Prüfungen fortsetzen möchte, müssen entweder neue Prüfmuster oder in Abhängigkeit von den Anforderungen des Auftraggebers des Labors die ursprünglichen Prüfmuster der Migrationsprüfung unterzogen werden, um zu verifizieren, ob Nickelionen nachträglich freigesetzt werden, und um einen quantitativen Wert zu erhalten. Beispielsweise könnte eine dünne Beschichtung auf einem Substrat (wie beispielsweise eine Titanlegierung), welche kein Nickel freisetzt, bei der Beschichtungsprüfung versagen, aber die Migrationsprüfung bestehen.

Bei Metallfassungen, die unbeschichtet (d. h. weder organisch noch galvanisch beschichtet) sind und aus homogenen Legierungen oder Metallen bestehen, ist die in Abschnitt 6 festgelegte Simulation von Abrieb und Korrosion nicht erforderlich, sondern diese müssen direkt nach Abschnitt 8 geprüft werden. Sofern der Hersteller nicht ausdrücklich bescheinigt hat, dass das Teil aus homogenen Legierungen oder Metallen besteht und unbeschichtet ist, muss davon ausgegangen werden, dass das Teil beschichtet ist.

Bild 1 veranschaulicht die Beziehung zwischen den beiden Prüfungen; die Beschichtungsprüfung ist keine Schnellprüfung ist, da es zulässig ist, ein Produkt, das diese Prüfung besteht, als mit REACH übereinstimmend zu kennzeichnen. Zusätzlich zu Fassungen ohne eine elektrisch nichtleitende Beschichtung kann die Beschichtungsprüfung aus technischen Gründen nicht für Folgendes angewendet werden: sehr kleine Bauteile (z. B. Schraubenköpfe, Dekorteile an Bügeln, Bügelendstücken oder Mittelteilen — siehe 8.3.2) und Fassungen, die über Magneten verfügen (z. B. um Clip-Ons zu halten).

Die Anforderungen an die Probennahme sowie Leitlinien dazu, welche Teile der Prüfmuster zur Prüfung heranzuziehen sind (die Prüfstücke), sind in Abschnitt 5 sowie in 7.3.1 (für die Beschichtungsprüfung) und 8.3.1 (für die Migrationsprüfung) angegeben.

WARNUNG — Prüflaboratorien müssen besonders auf den sorgsamen Umgang mit Prüfmustern und Prüfstücken während aller Verfahrensstufen dieser Norm achten, und bei Bedarf geeignete Werkzeuge verwenden. Eine unsachgemäße Handhabung, insbesondere bei der Demontage oder beim Schneiden eines Prüfmusters, kann zu einer zusätzlichen Beschädigung führen, die zum Versagen führt.

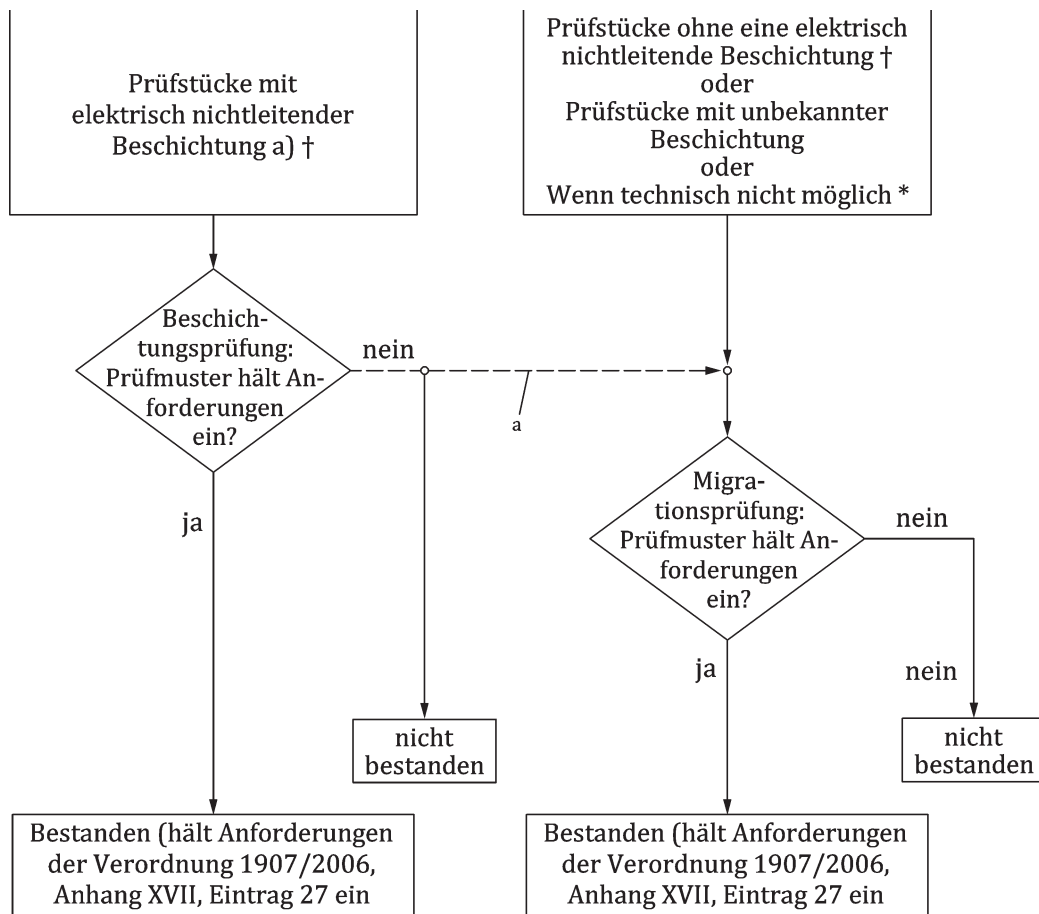
5 Auswahl der Prüfmuster

Der Auftraggeber des Labors sollte von jedem zu prüfenden Modell entweder für die Beschichtungsprüfung oder für die Migrationsprüfung zwei repräsentative Probekörper nach dem Zufallsprinzip auswählen.

Die ausgewählten Probekörper müssen gekennzeichnet werden.

Die für die Beschichtungsprüfung verwendeten Prüfmuster können nachfolgend einer Migrationsprüfung unterzogen werden, aber nicht umgekehrt.

Wenn es wahrscheinlich ist, dass ein Prüfmuster nach der Beschichtungsprüfung der Migrationsprüfung unterzogen wird, muss es unmittelbar nach der Beschichtungsprüfung gründlich in deionisiertem Wasser gewaschen und trocknen gelassen werden, um Korrosion durch Natriumchlorid zu vermeiden.



Legende

a Die Beschichtungsprüfung ist eine Prüfung der Fähigkeit der elektrisch nichtleitenden Beschichtung, die Freisetzung von Metallionen aus dem Substrat des Prüfmusters zu verhindern. Falls ein Prüfmuster die Beschichtungsprüfung nicht besteht und der Auftraggeber des Labors die Prüfungen fortsetzen möchte, müssen die Muster oder neue Prüfmuster der Migrationsprüfung unterzogen werden, um zu verifizieren, ob Nickelionen nachträglich freigesetzt werden, und um einen quantitativen Wert zu erhalten. Siehe Abschnitt 4.

† Auf Verlangen des Auftraggebers des Labors können Prüfmuster direkt der Migrationsprüfung unterzogen werden, wobei in diesem Fall die zusätzlichen Informationen über die Beschichtung, die bei der Beschichtungsprüfung erhalten werden, unbekannt sind.

* Die Beschichtungsprüfung kann nicht zur Prüfung sehr kleiner Bauteile, z. B. Schraubenköpfe, Dekorteile an Bügeln, Bügelendstücken oder Mittelteilen, verwendet werden. Sie kann ebenfalls nicht für Fassungen mit Magneten, z. B. um Clip-Ons zu halten, angewendet werden.

Falls ein Prüfmuster versagt, muss die Leitfähigkeit von Teilen, die nicht mit der Haut in Berührung kommen (zum Beispiel Dekorteile) mit einem Stromprüfer verifiziert werden, und diese müssen, sofern sie unbeschichtet sind, abgedeckt werden.

Bild 1 — Schematischer Überblick über das Referenzverfahren

6 Simulation von Abrieb und Korrosion

6.1 Vorbereitung der Prüfmuster

Die Prüfmuster sollten mit Prüfgläsern ausgestattet werden, welche bevorzugt vom Auftraggeber des Labors, d. h. dem Hersteller oder Importeur oder einem bevollmächtigten Vertreter geliefert oder festgelegt werden sollten.

ANMERKUNG 1 Die Gläser schützen die Ränder der Nut, so dass eine Prüfung ohne Gläser zu einem falschen Versagen führen kann.

Falls der Auftraggeber zustimmt, können die Stütz- oder Demoscheiben verwendet werden.

ANMERKUNG 2 Durch ihre größere Dicke können organische Korrektionsbrillengläser einen höheren Schutz für den Rand der Nut bieten als eine Stütz- oder Demoscheibe.

Falls keine Prüfgläser geliefert werden oder festgelegt sind, muss das Prüflabor den Hersteller der Fassung bezüglich einer Empfehlung hinsichtlich des Materials, Brechwerts, der Dicke, Krümmung und gegebenenfalls des Facettenwinkels oder des Randprofils der Prüfgläser kontaktieren.

Falls keine Lieferung oder Spezifikationen durch den Hersteller erfolgt/erfolgen oder dieser nicht kontaktiert werden kann, wird bezüglich der Prüfgläser empfohlen, dass diese aus einem für die Art der Fassung geeigneten Material bestehen und einen Scheitelbrechwert von $(0,00 \pm 0,25)$ D, eine Mittendicke von $(2,00 \pm 0,2)$ mm und eine für die Fassung geeignete Krümmung aufweisen.

Bei allen Prüfmustern müssen Bügel und Mittelteile voneinander getrennt werden. Das Trennen der Bügel von den Mittelteilen muss entweder mittels Lösen der Gelenkschraube oder mittels Durchschneiden des Scharniers (der Scharnierhälften) erfolgen.

Nasenpads müssen entfernt werden, es sei denn, sie haben eine metallhaltige Oberfläche. Die Entfernung der Bügelendstücke von den Bügeln ist optional.

Um nachfolgende Schwierigkeiten beim Abdecken der Padbox für die Beschichtungsprüfung zu vermeiden, wird empfohlen, dass die Pads außer bei Fassungen, die über Pads mit einer metallhaltigen Oberfläche verfügen, durch vollständiges Abschneiden der Padhebel einschließlich Padbox und Pads entfernt werden — siehe 7.3.2.

Es wird sichergestellt, dass alle einzelnen Prüfstücke über alle Schritte der gesamten Prüfung hinweg identifiziert bleiben.

6.2 Durchführung

Die Simulation von Abrieb und Korrosion wird nach EN 12472 durchgeführt. Es wird sichergestellt, dass die Paste nach dem Ende ihrer Haltbarkeitsdauer nicht mehr verwendet wird.

ANMERKUNG Mittelteile können bequem mittels der Stützscheiben oder Prüfgläser festgeklemmt werden, und Bügel an dem Teil, der vom Bügelendstück überzogen ist. Siehe Anhang A. EN 12472 legt fest, dass die Rückseite des Mittelteils und die Innenfläche der Bügel zur Achse der Haltevorrichtung zeigen.

Wenn die Simulation abgeschlossen ist, werden die Prüfmuster herausgenommen. Die Prüfmuster werden bei Raumtemperatur 2 min vorsichtig in Entfettungslösung (siehe 7.2.4) geschwenkt. Sie werden gründlich mit deionisiertem Wasser abgespült. Danach werden sie vorsichtig in einem Reinluftstrom getrocknet oder auf saugfähigem Papier trocknen gelassen.

Nach der Entfettung werden die Prüfmuster mit geeigneten Werkzeugen oder sauberen Laborhandschuhen gehandhabt.

Dreiteilige randlose Mittelteile werden demontiert. Mittelteile von Kombinations-Brillenfassungen werden demontiert und alle Kunststoffteile werden entfernt.

Anschließend werden die Prüfstücke der gewählten Prüfung unterzogen: Beschichtungsprüfung, siehe Abschnitt 7, und/oder Migrationsprüfung, siehe Abschnitt 8.

7 Beschichtungsprüfung

7.1 Allgemeines

Der Zweck der Beschichtungsprüfung besteht darin nachzuweisen, ob die Oberflächenbehandlung eines Modells in der Lage ist, die Freisetzung von Metall-Ionen (einschließlich Nickel) ausreichend zu begrenzen, wie durch den Impedanz-Schwellenwert angegeben. Prüfmuster, deren Ergebnis nicht „bestanden“ lautet, können erneut geprüft werden, falls 7.5.3 zutrifft, oder der Migrationsprüfung unterzogen werden, siehe Abschnitt 4 und Abschnitt 5.

Es brauchen nur diejenigen Teile der Prüfmuster berücksichtigt zu werden, die bestimmungsgemäß in direkten und länger dauernden Kontakt mit der Haut des Trägers kommen, siehe 7.3.1.

7.2 Geräte und Verbrauchsmaterialien

7.2.1 Abdeckmittel, für galvanische Zwecke geeignet und in der Lage, das Prüfstück von der Kochsalzlösung elektrisch zu isolieren. Das Auftragen von mehr als einer Schicht ist zulässig und kann vorzuziehen sein.

Das Abdeckmittel wird auf seine Eignung überprüft, indem ein Metallstreifen ohne organische Beschichtung damit beschichtet wird, und sodann die gute Haftfestigkeit anhand der hohen Impedanz-Ergebnisse (Wert über $5,0 \cdot 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$) gezeigt wird.

ANMERKUNG 1 Es eignet sich ein Metallstreifen mit ungefähren Maßen von 2 mm Dicke, 6 mm Breite und 100 mm Länge.

Im Interesse der besseren Sichtbarkeit der abgedeckten Bereiche ist es zweckmäßig, das Abdeckmittel farbig oder fluoreszierend zu wählen.

ANMERKUNG 2 Die Handelsbezeichnung eines geeigneten Produktes ist Lacomit.¹

7.2.2 Deionisiertes Wasser nach EN ISO 3696, Qualität 3, oder nach europäischem Arzneibuch, als Spüllösung und zur Zubereitung der Kochsalzlösung (7.4).

7.2.3 Natriumchlorid vom Reinheitsgrad „zur Analyse“ oder besser, zur Zubereitung der Kochsalzlösung (7.4).

7.2.4 Entfettungslösung, Natriumdodecylsulfat (SDS; en: Sodium Dodecyl Sulfate) in einer Konzentration von 0,5 % in deionisiertem Wasser; zur Reinigung der Prüfmuster nach dem Schneiden und den weiteren Schritten vor der eigentlichen Prüfung. Es kann auch ein angemessen verdünntes, neutrales handelsübliches Reinigungsmittel verwendet werden.

7.2.5 Geräte für die Zubereitung von 1 %iger Kochsalzlösung in deionisiertem Wasser.

7.2.6 Elektrochemische Zelle, hergestellt aus Glas und dazu geeignet, darin zunächst eine Standard-Calomel- (SCE)- oder Ag/AgCl-Referenzelektrode, sodann eine Graphit- oder Platin-Gegenelektrode und schließlich das Prüfstück zu montieren.

Als Gegenelektrode wird ein Stab mit etwa 6 mm Durchmesser und aus reinem Graphit hoher Dichte empfohlen.

1 Lacomit ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Dokuments und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produktes durch CEN. Gleichwertige Produkte können verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu identischen Ergebnissen führen.

7.2.7 Labor-Klemmen, die dazu geeignet sind, das Prüfstück so zu halten, dass der ausgewählte Bereich in den in der elektrochemischen Zelle befindlichen Elektrolyt eingetaucht wird, während zugleich der elektrische Kontaktbereich im Trockenen bleibt.

7.2.8 Potentiostat, geeignet zur Durchführung der Elektroimpedanz-Spektroskopie (EIS) bei 1 Hz mit einer Stromstärke-Messempfindlichkeit von größer 1 pA.

ANMERKUNG Ein Beispiel für ein geeignetes Gerät ist das Gamry-Interface-1010B-Paket.²

7.2.9 Kontakt-Klemmen, z. B. kleine Krokodil-Klemmen, die in der Lage sind, zuverlässig den elektrischen Kontakt zwischen dem Prüfstück, der Referenzelektrode und der Gegenelektrode herzustellen.

7.2.10 Referenz-Zelle [en: calibration (dummy) cell], üblicherweise vom Hersteller des Potentiostats zusammen mit dem Gerät bereitgestellt, geeignet zur Prüfung des Potentiostats im erwarteten Impedanz-Bereich.

7.2.11 Geeignete Werkzeuge, die zur Ausführung des Verfahrens erforderlich sind. Siehe 3.6 bezüglich der Definition von „geeignete Werkzeuge“. Zur Verhinderung einer möglichen Kontamination durch Nickel oder andere Metall-Ionen werden alle Werkzeuge vor und nach Gebrauch gründlich gereinigt.

7.2.12 Laborhandschuhe, z. B. aus Latex oder PVC, nicht jedoch aus Baumwolle.

7.2.13 Faraday'scher Käfig; entweder ein geerdeter Faraday'scher Käfig, geerdete Aluminiumfolie oder geerdetes leitfähiges Gewebe, der/die/das die elektrochemische Zelle während der Messung ummantelt.

7.3 Vorbereitung der Prüfmuster für die Beschichtungsprüfung

7.3.1 Prüfbereiche

Siehe Abschnitt 5 bezüglich Anforderungen an die Probenahme.

Für die Beschichtungsprüfung von Modellen sind die zu prüfenden Teile:

- das Mittelteil, bestehend aus den Fassungsrändern, der Brücke und, sofern zutreffend, der oberen Brücke, nicht jedoch die Padhebel und Padboxen, Backen und, falls temporal gelegen, Schließblockgelenke;
- Bügel einschließlich Übergangshülsen aus Metall, nicht jedoch diejenigen Bereiche, die bestimmungsgemäß mit Kunststoff-Bügelendstücken geschützt werden. Gelenke und der Bereich unmittelbar um diese herum sind ausgenommen, es sei denn, sie befinden sich in dem zu prüfenden Bereich — siehe Anhang B für weitere Informationen darüber, wo Bügel zu prüfen sind.

Nasenpads mit metallhaltigen Oberflächen müssen unter Anwendung des Migrationsverfahrens nach Abschnitt 8 geprüft werden.

Bei jedem der beiden Prüfmuster sind das Mittelteil und die beiden Bügel separat zu prüfen; alle drei Teile von beiden Prüfmustern müssen die Prüfung bestehen, damit die Prüfung für das Modell als bestanden gilt.

7.3.2 Demontage und/oder Schneiden und/oder Abdecken

7.3.2.1 Allgemeines

Bevor das Prüfmuster der Beschichtungsprüfung unterzogen wird, muss es das Verfahren zur Simulation von Abrieb und Korrosion nach EN 12472 absolviert haben. Siehe Abschnitt 6.

² Gamry Interface 1010B ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Dokuments und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produktes durch CEN.

E DIN EN 16128:2024-07
prEN 16128:2024 (D)

Nach Abschluss der Simulation von Abrieb und Korrosion werden diejenigen Teile (oder Bereiche), die der Beschichtungsprüfung zu unterziehen sind, ausgewählt und von denjenigen getrennt, die dieser Prüfung nicht unterzogen werden. Dies kann mittels einer oder mehrerer der folgenden Maßnahmen geschehen:

- a) Demontage (siehe 7.3.2.2);
- b) Schneiden (siehe 7.3.2.3 und Anhang C);
- c) Abdecken (siehe 7.3.2.4 und Anhang C).

Die Stützscheiben oder Prüfgläser, die für die Simulation von Abrieb und Korrosion erforderlich sind (siehe 6.1) müssen im Mittelteil belassen werden.

ANMERKUNG 1 Das Entfernen von Stütz- oder Demoscheiben durch Herausdrücken, ohne den Schließblock (der die Gläser hält) zu öffnen, riskiert eine Beschädigung der Beschichtung an der Innenseite der Fassungsränder.

Bei der Entscheidung, an welchen Stellen zu schneiden ist oder welche Bereiche abzudecken sind, wird die Notwendigkeit der Vorbereitung des elektrischen Kontaktbereichs (siehe 7.3.4) und der Bestimmung des Flächeninhalts der Prüffläche (siehe 7.3.3) in Betracht gezogen. Das Abdecken aller „komplizierten“ Partien des Prüfmusters, die ohnehin nicht direkt und länger dauernd mit der Haut in Kontakt kommen würden, könnte die Bestimmung des Flächeninhalts der Prüffläche vereinfachen und/oder deren Präzision verbessern.

Das Schneiden der Prüfmuster zwecks Separierung der Teile (oder Bereiche), die zu prüfen sind, von den nicht zu prüfenden Teilen (oder Bereichen) ist zulässig, sollte jedoch, abgesehen vom Durchschneiden des Scharniers und der Padhebel (siehe 6.1), wann immer dies möglich ist, vermieden werden.

ANMERKUNG 2 Das Schneiden kann vermieden werden, indem das gesamte Prüfstück mit Ausnahme derjenigen Teile (oder Bereiche), die der Prüfung zu unterziehen sind, abgedeckt wird.

ACHTUNG — Beim Schneiden muss auf die Vermeidung einer Kontamination durch Metall-Ionen geachtet werden, ausgehend z. B.:

- vom Grundmaterial;
- von Metallpartikeln, die unter die Abdeckung geraten;
- von der Beschädigung der im nächsten Schritt zu prüfenden organischen Beschichtung in der Nähe der Schnittstelle;
- von Metall auf Werkzeugen, Fingern oder dem Arbeitsbereich.

Es wird sichergestellt, dass alle einzelnen Teile der Prüfmuster identifiziert bleiben, z. B. durch Zuweisung von Kennnummern oder -Codes, ohne die Teile dabei zu berühren oder zu verändern.

7.3.2.2 Demontage

Nasenpads mit metallhaltigen Oberflächen müssen von den Mittelteilen abgebaut werden, da ihre Prüfung nach Abschnitt 8 erforderlich ist.

7.3.2.3 Abdecken

Das/die Prüfmuster wird/werden bei Raumtemperatur 2 min vorsichtig in Entfettungslösung (7.2.4) geschwenkt. Sie werden sodann gründlich mit deionisiertem Wasser (7.2.2) abgespült und vorsichtig in einem Reinluftstrom getrocknet oder auf saugfähigem Papier trocknen gelassen.

ANMERKUNG 1 Dieser Reinigungsschritt zielt darauf ab, Weichmacher von der Verpackung, überschüssiges Fett und Hautausscheidungen, die auf die Handhabung zurückzuführen sind, zu beseitigen, nicht aber etwaige Schutzbeschichtungen.

Nach der Entfettung werden die Prüfmuster mit geeigneten Werkzeugen oder sauberen Laborhandschuhen gehandhabt.

Das Abdecken kann durch Tauchen unter Verwendung eines Spenders³ mit einer Spritze mit feiner Nadel oder durch Auftragen, entweder mit einem Pinsel oder mit einem Dentalplugger erfolgen. Unabhängig davon, welches Verfahren angewendet wird, wird sichergestellt, dass die entstehende Abdeckschicht deutlich dicker, z. B. doppelt so dick, ist wie die ursprüngliche Beschichtung des Prüfmusters oder des betreffenden Teils davon. Es wird sichergestellt, dass Schnittkanten abgedeckt werden. Es wird zweimal getaucht oder aufgetragen/gepinselt, wobei zwischen den Arbeitsgängen eine Pause von etwa 30 min zugelassen wird. Nachdem das Abdeckmittel mindestens 15 min trocknen gelassen wurde, wird die Qualität der Abdeckschicht visuell mit einem schwachen Vergrößerungsglas (z. B. 2fach bis 5fach) überprüft, um die vollständige Abdeckung der entsprechenden Bereiche sicherzustellen. Falls erforderlich, wird/werden eine/mehrere zusätzliche Schicht(en) des Abdeckmittels aufgebracht. Siehe Anhang C für Einzelheiten.

Schließblöcke, falls temporal gelegen, müssen einschließlich ihrer Schrauben abgedeckt werden, sofern vorgesehen ist, sie in den Elektrolyt einzutauchen. Schließblockgelenke, die sich an anderer Stelle auf dem Fassungsrand befinden, so dass sie mit der Haut z. B. nasal, längere Zeit in Berührung kommen könnten, dürfen nicht abgedeckt werden und müssen der Beschichtungsprüfung unterzogen werden.

Die Nuten der Fassungsränder brauchen nicht abgedeckt zu werden, aber sie können in Bereichen neben Backen und wo Padhebel angebracht waren, während des Abdeckvorgangs abgedeckt werden. Falls die Fassung jedoch der Prüfung zur Simulation des Abriebs (6.2) ohne Gläser unterzogen wurde, muss die Nut abgedeckt werden.

Alle Lötstellen, die in die Kochsalzlösung getaucht werden, werden abgedeckt, z. B. werden die Bereiche abgedeckt, wo die Brücke und, sofern vorhanden, die obere Brücke an die Fassungsränder gelötet sind.

Welche weiteren Teile abzudecken sind, kann von der Wahl des elektrischen Kontaktbereichs abhängen und davon, ob das Prüfmuster geschnitten wurde oder nicht.

Mittelteil-Ausführungen, bei denen die Fassungsränder an einen Balken oder ein Oberteil (en: hood) gelötet sind (z. B. eine Scharnierplatte aus gepresstem Metall), sollten an beiden Seiten dieses Bereichs abgedeckt werden, um zu vermeiden, dass Salzlösung eindringt — siehe Anhang C.

Unbeschichtete Teile müssen abgedeckt werden. Falls diese Teile dafür vorgesehen sind, mit der Haut des Trägers in Berührung zu kommen, müssen sie der Migrationsprüfung (Abschnitt 8) an zusätzlichen Prüfmustern unterzogen werden. Das Abdeckmittel wird vollständig trocknen und aushärten gelassen. Während dieses Vorgangs wird das Prüfmuster so abgelegt, dass die abgedeckten Bereiche nicht mit einer Oberfläche in Berührung kommen. Im Zweifelsfall werden die Anweisungen des Herstellers des Abdeckmittels befolgt.

Falls die Prüfstücke nicht unmittelbar nach dem Trocknen und Aushärten des Abdeckmittels geprüft werden, werden sie vor etwaiger Beschädigung geschützt, indem sie in Tissuepapier eingewickelt oder einzeln in Polyethylen-Tüten gelegt werden.

7.3.3 Bestimmung der Prüffläche

Der bei der Beschichtungsprüfung gemessene Wert ist immer eine Impedanz je Flächeneinheit, angegeben in der Einheit $\Omega \cdot \text{cm}^2$. Daher erfordert das Verfahren die Bestimmung des Flächeninhalts der Prüffläche, bei der es sich um die in den Elektrolyt eingetauchte, jedoch nicht abgedeckte Oberfläche des Prüfmusters handelt.

3 Ein Spritzendosiersystem kann hilfreich sein, z. B. Chimitic Dosatore CH/N24V von http://www.chimitec.com/dosatrici_uk.htm. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Dokuments und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produktes durch CEN. Gleichwertige Produkte können verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu identischen Ergebnissen führen.

E DIN EN 16128:2024-07
prEN 16128:2024 (D)

Der Flächeninhalt der Prüffläche wird auf volle cm^2 bestimmt. Die direkte Messung des Flächeninhalts der Oberfläche kann angewendet werden; CAD-Daten des Fassungsherstellers und/oder klassische Bildanalyse-Software können hilfreich sein.

7.3.4 Vorbereitung des elektrischen Kontaktbereichs

Die folgenden Bereiche dienen als elektrische Kontaktbereiche:

- bei Bügeln: entweder das Gelenk oder das vom Gelenk abgewandte Ende;
- bei Mittelteilen: das dem Gelenk zugewandte Ende derjenigen Backe, die nicht abgedeckt ist.

Der elektrische Kontaktbereich wird, z. B. mit einem handgehaltenen rotierenden Modellierwerkzeug, einer Feile oder Schmirgel- oder Siliciumcarbidpapier abgeschliffen, so dass die elektrisch nichtleitende Beschichtung vollständig entfernt wird. Es wird darauf geachtet, während dieses Vorgangs nicht die Beschichtung außerhalb des Kontaktbereichs zu beschädigen.

ANMERKUNG 1 Es kann einfacher sein, das Prüfmuster vor dem Abdecken abzuschleifen. Ein nachträgliches leichtes Abschleifen kann vor der Impedanzmessung erforderlich sein, siehe 7.5.2.

ANMERKUNG 2 Falls angemessen, wird geeignete Schutzausrüstung getragen.

7.4 Zubereitung der Kochsalzlösung

Es wird eine Kochsalzlösung zubereitet, indem $10 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ Natriumchlorid (7.2.3) in 1 l deionisiertem Wasser (7.2.2) aufgelöst werden. Es wird sichergestellt, dass die Temperatur der Kochsalzlösung bei $25^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ liegt. Nach 7 Tagen wird eine frische Kochsalzlösung zubereitet.

7.5 Durchführung

7.5.1 Vorbereitung der elektrochemischen Zelle

Die elektrochemische Zelle wird mit deionisiertem Wasser (7.2.2) oder mit Kochsalzlösung (7.4) gewaschen.

Die elektrochemische Zelle wird mit Kochsalzlösung (7.4) gefüllt. Die Lösung wird an jedem Tag, an dem Prüfungen vorgenommen werden, mindestens einmal gewechselt.

Es wird sichergestellt, dass die Referenz- und Gegenelektrode (z. B. Calomel) vor Verwendung ausreichend lange in den Elektrolyt eingetaucht waren. Wenn sie im trockenen Zustand aufbewahrt werden, ist es erforderlich, sie (falls angemessen, mit Kaliumchlorid zu füllen und) mindestens 8 h in deionisiertes Wasser oder Kochsalzlösung einzutauchen. Die Ausrüstung kann daher nicht unmittelbar nach dem Zusammenbau verwendet werden.

ANMERKUNG Es wird überprüft, ob die „Fritte“ an der Unterseite der Referenzelektrode nicht blockiert oder beschädigt wurde. Wenn zugelassen wird, dass Salzlösung darin austrocknet, werden die Poren in dem Spezialglas durch die darin wachsenden Salzkristalle beschädigt.

7.5.2 Einbringung des Prüfstücks in die elektrochemische Zelle und Herstellung des elektrischen Kontakts

WICHTIG — Dieses Verfahren erfordert einen sehr guten elektrischen Kontakt zwischen den Elektroden, einschließlich des Prüfstücks, und dem Potentiostat, sowie einen Faraday'schen Käfig oder ein anderes Verfahren zur Abschirmung der elektrochemischen Zelle vor elektromagnetischer Streustrahlung.

Unmittelbar vor der EIS-Messung wird überprüft, ob der elektrische Kontaktbereich auf dem Prüfstück sauber und frei von Abdeckmittel ist, und dass er nicht angelaufen ist. Falls erforderlich, wird er weiter abgeschliffen,

so dass dies sichergestellt ist, wobei darauf geachtet wird, die Beschichtung im Prüfbereich nicht zu beschädigen.

Das Prüfstück wird so in die Kochsalzlösung eingebracht, dass es nicht auf dem Boden der Zelle aufliegt und einen Mindestabstand von 10 mm zu deren Wänden einhält, wobei sichergestellt wird, dass der elektrische Kontaktbereich oberhalb des Füllstands der Kochsalzlösung liegt. Es wird sichergestellt, dass jegliche Bereiche des Prüfstücks, für die keine Prüfung erforderlich ist, entweder abgedeckt sind oder oberhalb des Füllstands der Kochsalzlösung liegen, wohingegen die Gegenelektrode und Referenzelektrode ordnungsgemäß nach den Anweisungen des Geräteherstellers in den Elektrolyt eingetaucht sind. Da der Abstand zwischen den Prüfstücken und den Elektroden den Widerstand in der Lösung beeinflussen könnte, müssen das Prüfstück und die Gegen- und Referenzelektrode in einer dreieckigen Anordnung mit jeweils etwa 50 mm Abstand voneinander angeordnet werden.

ANMERKUNG 1 Eine zweckmäßige Vorgehensweise hierfür besteht darin, die Gegen- und Referenzelektrode in dem geforderten 50-mm-Abstand voneinander auf einem Stück isolierendem Material zu befestigen und dieses so auf den Rand der elektrochemischen Zelle aufzulegen, dass die Elektroden während der Prüfung dauerhaft in der Kochsalzlösung eingetaucht bleiben. Ein zweites Stück des isolierenden Materials kann dann dazu verwendet werden, das Prüfstück in dem geforderten Abstand zu montieren.

Es wird sichergestellt, dass die elektrischen Verbindungen auf dem abgeschliffenen Kontaktbereich des Prüfstücks sowie auf den Elektroden fest sind. Es wird sichergestellt, dass die Klemme, die das Prüfstück in der Kochsalzlösung hält, nicht geerdet ist.

ANMERKUNG 2 Ein Verfahren besteht darin, eine Schraubklemme zu verwenden, in der das Prüfmuster festgeklemmt wird, und deren anderes Ende ein Kupferkontaktblech aufweist, auf dem die Krokodilklemme des Anschlusskabels des Potentiostats gut kontaktiert werden kann.

Wenn ein Deckel benutzt wird, werden die Anschlusskabel der Elektroden durch den Deckel hindurchgeführt, um das Anschließen an den Potentiostats (7.2.8) zu ermöglichen.

Das Prüfstück wird in die Kochsalzlösung in der elektrochemischen Zelle getaucht. Es wird entweder ein Faraday'scher Käfig verwendet, oder die elektrochemische Zelle wird mit einem geerdeten leitfähigen Material, z. B. Aluminiumfolie oder leitfähigem Gewebe ummantelt.

ANMERKUNG 3 Daran denken, den Käfig an Erde/Masse anzuschließen, um alle möglichen Öffnungen so weit wie möglich zu schließen — z. B. die Öffnung für das Potentiostat-Kabel, und während der Prüfung den Käfig nicht berühren, da Kapazitätsauswirkungen das Ergebnis beeinträchtigen können.

7.5.3 Bestimmung des freien Korrosionspotentials und Messung der elektrochemischen Impedanz der Prüfmuster

Nach dem Eintauchen des Prüfstücks, wie in 7.5.2 festgelegt, wird das Gerät so eingestellt, dass es die Impedanz des Prüfstücks bei der festen Frequenz von 1 Hz misst, wobei die Amplitude des angelegten Signals 10 mV (Effektivwert) beträgt. Die meisten Geräte setzen automatisch das Gleichspannungspotential auf den Wert des freien Korrosionspotentials (en: open circuit potential, OCP), der zu Beginn der Messung bestimmt wurde. Die erste Impedanz-Messung wird möglichst bald, nachdem das Prüfstück für 3 min in der Kochsalzlösung eingetaucht war, vorgenommen, und die beiden weiteren Messungen werden in der kürzest möglichen zeitlichen Folge vorgenommen. Die Messung wird bei Raumtemperatur durchgeführt.

Wenn das Gerät das Gleichspannungspotential nicht automatisch auf den Wert des freien Korrosionspotentials des Prüfstücks einstellt, muss dies manuell geschehen.

Es wird verifiziert, ob das Verhältnis:

$$\frac{\text{höchster Impedanz-Ablesewert} - \text{niedrigster Impedanz-Ablesewert}}{\text{niedrigster Impedanz-Ablesewert}}$$

E DIN EN 16128:2024-07
prEN 16128:2024 (D)

für das jeweilige Prüfstück nicht größer als 0,3 (30 %) ist; ist dies der Fall, wird das Prüfstück entfernt, mit deionisiertem Wasser gewaschen, trocknen gelassen und es wird mindestens 24 h gewartet. Dann wird das Prüfstück erneut gemessen, wobei besonderes Augenmerk auf die elektrischen Anschlüsse und die elektromagnetische Abschirmung gelegt wird. Wenn das Verhältnis bei der erneuten Messung wiederum größer als 0,3 (30 %) ist, muss ein neues Prüfmuster geprüft werden.

ANMERKUNG Eine andere Eintauchdauer könnte zu einer Änderung der elektrischen Eigenschaften des Prüfstücks führen.

7.5.4 Kalibrierung und Überprüfung der Ausrüstung

Wenngleich dadurch lediglich der Potentiostat überprüft wird, wird dessen Kalibrierung täglich mittels Durchführung der Prüfung an der Referenz-Zelle (7.2.10) verifiziert. Alle weiteren Überprüfungen, z. B. der Elektroden, werden nach den Anweisungen des Geräteherstellers durchgeführt.

Anhang D enthält Einzelheiten der Qualitätskontrollmuster für die Beschichtungsprüfung.

7.6 Berechnung der Ergebnisse

7.6.1 Allgemeines

Es wird der Mittelwert der drei erhaltenen Werte berechnet, und dieser Wert wird als Impedanz ($|Z|$) bei 1 Hz in $\Omega \cdot \text{cm}^2$ in wissenschaftlicher Notation und auf zwei signifikante Stellen angegeben.

Einige Potentiostat-Modelle erlauben es dem Bediener, vor Beginn der Messung den Flächeninhalt des Musters in die Software einzugeben. Geräte dieser Art weisen die Impedanz wahrscheinlich in $\Omega \cdot \text{cm}^2$ aus. Wenn das Gerät die Impedanz in Ω ausweist, wird der Wert in $\Omega \cdot \text{cm}^2$ durch Multiplikation der Impedanz in Ω mit dem Flächeninhalt der in den Elektrolyt eingetauchten Oberfläche, in cm^2 , erhalten. Im letztgenannten Fall ist eine Multiplikation erforderlich, da es sich de facto um eine Berechnung für die Parallelschaltung von Widerständen handelt und nicht um eine Reihenschaltung.

7.6.2 Kriterien für das Bestehen oder Nicht-Bestehen des Prüfmusters

Das Prüfstück wird als bestanden oder nicht bestanden eingestuft. Die Prüfung gilt als bestanden, wenn die Impedanz größer oder gleich dem Schwellwert von $3,0 \cdot 10^5 \Omega \cdot \text{cm}^2$ ist, wohingegen die Prüfung bei einer Impedanz kleiner dem Schwellwert als nicht bestanden gilt. Bei jedem der beiden Prüfmuster müssen jeder der beiden Bügel und das Mittelteil separat geprüft werden, und alle Prüfstücke müssen bestehen, damit die Prüfung des Modells als bestanden gilt.

ANMERKUNG 1 Dieser Schwellwert wurde im Rahmen von Ringversuchen ermittelt, bei denen die Impedanz mit der Nickellässigkeit verglichen wurde. Der Schwellwert wurde so gewählt, dass sowohl eine Sicherheitsspanne einbezogen als auch die Messunsicherheit berücksichtigt ist.

ANMERKUNG 2 Das Bestehen der Prüfung gibt an, dass die Übereinstimmung mit den in der REACH-Verordnung, Anhang XVII, Eintrag 27, Absatz 1(b) und 1(c) festgelegten Grenzwerten für die Migration gegeben ist. Da es sich um eine Beschichtungsprüfung handelt, liefert die Elektroimpedanz-Spektroskopie ein Ergebnis, das alle Metall-Ionen, nicht nur Nickel-Ionen, erfasst. Daher könnte ein Modell, das nicht bestanden hat, seine Übereinstimmung mit dem in der Verordnung festgelegten Grenzwert nachweisen, indem es der Migrationsprüfung unterzogen wird.

7.7 Prüfbericht

Der Prüfbericht für jede Bestimmung muss mindestens die folgenden Angaben enthalten:

- Identifizierung des Modells beziehungsweise des/der Prüfmuster(s) einschließlich Herkunft, Eingangsdatum und Beschreibung, sowie optional die zugewiesene(n) Kennnummer(n) oder -Code(s);
- eine Verweisung auf dieses Dokument, d. h. EN 16128:2024;

- c) Dokumentation (verbale Beschreibung und Fotos im Zustand wie erhalten, nach dem Abdecken und, sofern die Fassung nicht an den Auftraggeber des Labors zurückgegeben wird, nach der Prüfung) der Teile des/der Prüfmuster(s) und deren Vorbereitung, einschließlich Angabe, ob die Prüfmuster der Simulation von Abrieb und Korrosion nach EN 12472 unterzogen wurden oder nicht, und einschließlich Angabe des Flächeninhalts der Prüfflächen, angegeben in cm^2 ;
- d) falls es aufgrund des geringen Flächeninhalts oder von elektrischen Kontaktproblemen nicht möglich war, kleine Teile wie z. B. Schraubenköpfe, Dekorteile, zu prüfen, muss dies angegeben werden;
- e) Prüfergebnis sowie eine Aussage in Bezug auf die Übereinstimmung oder Nicht-Übereinstimmung des Modells mit dem Schwellenwert;
- f) alle Abweichungen vom Verfahren;
- g) jegliche ungewöhnlichen Merkmale, die während der Bestimmung beobachtet wurden;
- h) Datum von Beginn und Ende der Prüfung;
- i) das Datum, an dem das Gerät zuletzt kalibriert wurde;
- j) Identifizierung des Labors, das die Prüfung durchgeführt hat;
- k) der Name, die Position und Unterschrift oder sonstige Kennzeichnung der Person, welche die Verantwortung für den Bericht übernimmt, sowie das Ausgabedatum des Berichts.

BEISPIEL Die Zahlenwerte des Prüfergebnisses könnten in der Form von Tabelle 1 dargestellt werden.

Tabelle 1 — Beispiel für die Darstellung der Prüfergebnisse der Beschichtungsprüfung

Prüf-muster	Geprüftes Teil	Kennnummer oder -Code	Prüffläche [cm^2]	Impedanz je Flächeneinheit [$\Omega \text{ cm}^2$]	Ergebnis ^a (bestanden oder nicht bestanden)
Erstes Prüf- muster	rechter Bügel				
	linker Bügel				
	Mittelteil				
Zweites Prüf- muster	rechter Bügel				
	linker Bügel				
	Mittelteil				
Gesamt-Prüfergebnis^b (bestanden oder nicht bestanden):					
^a Dadurch festgelegt, ob die Impedanz je Flächeneinheit größer oder gleich, oder kleiner als der in 7.6 angegebene Schwellenwert ist.					
^b Festgelegt als: bestanden – alle Prüfstücke haben bestanden, nicht bestanden – eines der (oder alle) Prüfstücke hat (haben) nicht bestanden.					

8 Freisetzung von Nickel und dessen quantitative analytische Bestimmung (Migrationsprüfung)

8.1 Allgemeines

Die Analyse bezüglich des von einem Prüfmuster in ein Prüfpapier abgegebenen Nickels basiert auf der Extraktion und nachfolgenden Bestimmung mittels ICP-OES⁴ oder ICP-MS⁵ oder GFAAS⁶.

Es brauchen nur diejenigen Teile der Modelle berücksichtigt zu werden, die bestimmungsgemäß in direkten und länger dauernden Kontakt mit der Haut des Trägers kommen, siehe 8.3.1.

Prüfpapiere, die mit einer bekannten Masse Nickel getränkt sind, werden als Kontrollproben herangezogen, um die Extraktion und das Analyseverfahren zu überwachen.

Mit jeder Charge von Prüfmustern muss eine Blindprobe geprüft werden. Die Blindprobe muss aus einem Stück Prüfpapier bestehen, das mit künstlicher Schweißlösung getränkt ist und mit Cellulose-Laborpapier (8.2.1) umwickelt ist, und muss in einen Klimaschrank oder ein hermetisch abgedichtetes Gehäuse in einem Laborofen (8.2.13) eingebracht und anschließend extrahiert und auf Nickel analysiert werden.

8.2 Geräte und Verbrauchsmaterialien

8.2.1 Cellulose-Laborpapier von hochabsorbierender Art, dessen eine Seite mit Polyethylen (PE) beschichtet ist, das sich ohne auszufransen in schmale Streifen von 0,15 cm Breite schneiden lässt, und dessen spezifisches Gewicht (flächenbezogene Masse) mit einer Messunsicherheit von $\pm 0,5$ % gemessen werden kann.

ANMERKUNG 1 Ein geeignetes Produkt ist LabSorb Ultra von Sartorius-Stedim Biotech.⁷

ANMERKUNG 2 Das Papier sollte innerhalb seiner Haltbarkeitsdauer/Ablauffrist verwendet werden.

8.2.2 Geeignete Werkzeuge, einschließlich

- **Schneidwerkzeug**, das ausreichend scharf ist, um das Cellulose-Laborpapier ohne auszureißen oder auszufransen zu schneiden, z. B. ein Schneidmesser mit auswechselbaren Klingen oder eines, dessen Klinge durch Abbrechen erneuert werden kann;
- **Anlegekante**;
- **Lineal** oder gleichwertiges Hilfsmittel, das, mit Interpolation, auf 0,25 mm oder kürzere Längen abgelesen werden kann;
- **Schere**; und
- **Pinzette**.

Siehe 3.6 bezüglich der Definition von „geeignete Werkzeuge“.

4 ICP-OES: Optisches Emissionsspektrometer mit induktiv gekoppeltem Plasma (en: inductively-coupled plasma optical emission spectrometer).

5 ICP-MS: Massenspektrometer mit induktiv gekoppeltem Plasma (en: inductively-coupled plasma mass spectrometer).

6 GFAAS: Graphitofen-Atomabsorptionsspektrometer (en: graphite furnace atomic absorption spectrometer).

7 LabSorb Ultra von Sartorius-Stedim Biotech ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Dokuments und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produktes durch CEN. Gleichwertige Produkte können verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu identischen Ergebnissen führen.

Zur Verhinderung einer möglichen Kontamination durch Nickel werden alle Werkzeuge vor und nach Gebrauch gründlich gereinigt.

8.2.3 Laborwaage, mit einer Fehlergrenze von mindestens 0,1 mg.

8.2.4 Geeignete Ausrüstung, wie z. B. Gefäße und Behälter, die für die Ausführung des Verfahrens erforderlich ist.

Siehe 3.7 bezüglich der Definition von „geeignete Ausrüstung“.

Wenn wiederverwendbare Ausrüstung verwendet wird, wird diese vor und nach Gebrauch gründlich gereinigt.

8.2.5 Entfettungslösung, zur Reinigung der Prüfmuster vor der Prüfung. 5 g eines anionischen oberflächenaktiven Mittels, wie z. B. Natriumdodecylbenzolsulfonat oder Natriumalkylarylsulfat werden in 1 000 ml deionisiertem Wasser (8.2.6) gelöst. Es kann auch ein angemessen verdünntes, neutrales handelsübliches Reinigungsmittel verwendet werden.

8.2.6 Deionisiertes Wasser nach EN ISO 3696, Qualität 2 oder besser, als Spüllösung.

8.2.7 Reagenzien und Geräte für die Zubereitung von künstlicher Schweißlösung, siehe 8.4.2.2 und 8.4.2.3.

8.2.8 Salpetersäure, $\rho = 1,40$ g/ml, Massenanteil von 65 % bis 70 %.

8.2.9 Verdünnte Salpetersäure, etwa Massenanteil von 2 %. 15 ml Salpetersäure (8.2.8) werden in ein 500-ml-Becherglas mit etwa 350 ml deionisiertem Wasser (8.2.6) gegeben. Unter Rühren wird auf Raumtemperatur abgekühlt. Die Lösung wird in einen 500-ml-Messkolben überführt und mit deionisiertem Wasser bis zur Marke aufgefüllt.

8.2.10 Pasteur-Pipette oder Mikropipette, zum Tränken des Prüfpapiers mit der künstlichen Schweißlösung.

8.2.11 Saugfähiges Papier, zum Unterlegen unter das Prüfpapier bei dessen Tränken mit der künstlichen Schweißlösung.

8.2.12 Dehnbares Abdichtband, von Laborqualität, 5 cm breit und dehnbar in nur eine Richtung.

ANMERKUNG Ein geeignetes Produkt ist Stretchable Parafilm ® M Sealing Film.⁸

8.2.13 a) Klimaschrank oder b) **hermetisch abgedichtetes Gehäuse**, das in einem **Laborofen** angeordnet wird, für die Inkubation der Prüfmuster, der/das eine Temperatur von $30\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ und eine relative Feuchte von mindestens 95 % aufrechterhalten kann und mit Halterungen oder Böden für die Aufnahme der Prüfmuster ausgerüstet ist. Die Halterungen oder Böden können so ausgeführt sein, dass mehrere Prüfmuster horizontal nebeneinander eingeschichtet werden, um das Risiko zu vermeiden, dass Kondensflüssigkeit am Prüfstück entlang nach unten und unter das Abdeckband läuft, sowie so, dass die Prüfmuster nicht miteinander in Berührung kommen, um eine wechselseitige Kontamination zu vermeiden.

ANMERKUNG Ein geeignetes Produkt für b) ist ein Trockenschrank, z. B. <http://www.jeiotech.com/eng/product/product.php?ptype=view&prdcod=1512310004&catcode=102600&page=1&searchopt=&searchkey>⁹

8 Stretchable Parafilm ® M ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Dokuments und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produktes durch CEN. Gleichwertige Produkte können verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu identischen Ergebnissen führen.

9 Dies ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Dokuments und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produktes durch CEN. Gleichwertige Produkte können verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu identischen Ergebnissen führen.

Bei Verwendung des hermetisch abgedichteten Schrank-Typs wird zur Vermeidung von Kondensation auf den Prüfmustern empfohlen zuzulassen, dass die Temperatur der Fassungen und des Schanks in etwa 2 h den Gleichgewichtszustand erreichen kann, bevor die Wasserschale hinzugegeben oder gefüllt wird.

8.2.14 Ultraschallbad zur Durchführung der Extraktion, ausgestattet mit Halterungen für den/die Extraktionskolben.

8.2.15 Laborhandschuhe, z. B. aus Latex oder PVC, nicht jedoch aus Baumwolle.

8.3 Vorbereitung der Prüfmuster für die Migrationsprüfung

8.3.1 Zu prüfende Teile — Allgemeines

Siehe Abschnitt 5 bezüglich Anforderungen an die Probenahme.

Die zu prüfenden Teile müssen folgende einschließen:

- die äußere Oberfläche der Fassungsränder (siehe Bild E.1);
- die Rückseite der Brücke, es sei denn, es wurde ein Sattelsteg aus nicht-metallischem Material eingepasst, die Rückseite der möglicherweise vorhandenen oberen Brücke und jegliche weiteren nasalen Auflageflächen einschließlich Nasenpads aus Metall;
- Bügel einschließlich Übergangshülsen aus Metall, nicht jedoch diejenigen Bereiche, die bestimmungsgemäß mit Kunststoff-Bügelendstücken geschützt werden. Gelenke und der Bereich unmittelbar um diese herum sind ausgenommen, es sei denn, sie befinden sich in dem zu prüfenden Bereich. Siehe Anhang B und Anhang E für weitere Informationen darüber, wo Bügel zu prüfen sind;
- Metall-Dekorteile, sofern vorhanden, auf der Innenseite von Kunststoffbügeln und Kunststoff-Bügelendstücken.

Bei jedem der beiden Prüfmuster sind die vorstehenden Teile in den in Tabelle 2 angegebenen Kombinationen zu prüfen, und all diese Kombinationen von Teilen müssen die Prüfung bestehen, damit die Prüfung für das Modell als bestanden gilt.

Tabelle 2 — Kombinationen der Prüfstücke bei der Migrationsprüfung

	Erstes Prüfmuster	Zweites Prüfmuster
Mittelteil	Rechter und linker Fassungsrand, zusammen	Rechter und linker Fassungsrand, zusammen
Brücke	Brücken der beiden Prüfmuster zusammen	
Bügel	Rechter und linker Bügel, zusammen	Rechter und linker Bügel, zusammen
Dekorteile	Dekorteile der beiden Prüfmuster zusammen	
Jede dieser Kombinationen, wie zutreffend, muss die Prüfung bestehen, damit das Modell die Prüfung besteht.		

8.3.2 Kleine zu prüfende Teile

Abhängig von der Empfindlichkeit des Spektrometers beträgt die Mindestfläche für die Prüfung etwa 0,5 cm², damit eine ausreichende Menge Nickel für die nachfolgende Analyse bereitgestellt wird. Dies bedeutet NICHT, dass Prüfstücke mit Flächen, die kleiner sind als die Mindestfläche, nicht geprüft zu werden brauchen. Bei Prüfstücken mit Flächen, die kleiner sind als die berechnete Mindestfläche, z. B. Fassungsränder, Prüfpapierstücke von unterschiedlichen Bereichen des Fassungsrandes (z. B. untere und obere Fassungsränder), können Flächen so kombiniert werden, dass die erforderliche Mindestfläche erreicht wird, die dann gemeinsam für die

Analyse kombiniert werden. Bei kleineren Teilen, wie z. B. Köpfen von Schrauben, die Bestandteile an Kombinations-Brillenfassungen halten (Mittelteile oder Bügel) oder Dekorteile, sollten zusätzliche Schrauben oder Dekorteile des gleichen Typs z. B. vom Auftraggeber des Labors beschafft werden, um die Mindestfläche zu erhalten. Sehr kleine Flächen Prüfpapier können verwendet und dann zusammen der Analyse unterzogen werden — siehe Bild E.7. Alternativ dürfen mehrere Schrauben nah beieinander montiert und mit einem einzigen Stück Papier geprüft werden — siehe Bild E.7.

8.3.3 Leitlinie für die Auswahl der Prüfbereiche auf den zu prüfenden Teilen

Die Form und Maße des Prüfpapiers bzw. der Papierstücke müssen so gewählt werden, dass das Papier bestmöglich den Bereich simuliert, der bestimmungsgemäß in direkten und länger dauernden Kontakt mit der Haut kommt.

Falls die Konstruktion das Aufbringen des Prüfpapiers an den vorgesehenen Stellen nicht erlaubt (z. B. Mittelteile mit Frontblech und rückseitig angebrachtem Fassungsrand), ist es zulässig, das Prüfpapier an einer anderen vergleichbaren Stelle aufzubringen (d. h. bei diesem Beispiel auf der Vorderseite des Frontblechs), falls auf dem unteren Fassungsrand (den unteren Fassungsrandern) nicht genügend Fläche zur Verfügung steht.

WICHTIG — Die Mindestmaße des Prüfpapiers und das Höchstvolumen der Extraktionslösung werden durch die Nachweisgrenze des Analysegeräts für die Nickelbestimmung bestimmt.

Siehe normativen Anhang E bezüglich Bildern von Fassungen und Bereichen, für die üblicherweise eine Prüfung erforderlich ist, der Form des Prüfpapiers, sowie dessen Aufbringen und Umwickeln mit dem Abdichtband.

8.3.4 Demontage und Entfetten

Bevor das Prüfmuster der Migrationsprüfung unterzogen wird, muss es das Verfahren zur Simulation von Abrieb und Korrosion nach EN 12472 absolviert haben. Siehe Abschnitt 6.

Optional werden Nasenpads mit metallhaltigen Oberflächen von den Mittelteilen abgebaut. Es wird sichergestellt, dass alle separaten Teile der Prüfmuster mit ihrer/ihrer zugewiesenen Kennnummer oder -Code gekennzeichnet sind.

Die Prüfmuster werden vorsichtig 2 min in Entfettungslösung (8.2.5) geschwenkt. Danach werden sie gründlich mit deionisiertem Wasser (8.2.6) abgespült. Danach werden sie vorsichtig in einem Reinluftstrom getrocknet oder auf saugfähigem Papier trocknen gelassen.

ANMERKUNG Dieser Reinigungsschritt zielt darauf ab, Weichmacher von der Verpackung, überschüssiges Fett und Hautausscheidungen, die auf die Handhabung zurückzuführen sind, zu beseitigen, nicht aber etwaige Schutzbeschichtungen.

WICHTIG — Ab diesem Zeitpunkt im Verfahren Muster stets mit sauberen Laborhandschuhen (8.2.15) handhaben und geeignete Werkzeuge (3.6) verwenden, um eine Kontamination zu vermeiden.

8.4 Durchführung

8.4.1 Vorbereitung des Prüfpapiers einschließlich Bestimmung von dessen Fläche

8.4.1.1 Es wird sichergestellt, dass die Ausführung der in 8.4.1.2 bis 8.4.1.4 festgelegten Schritte das Prüfpapier nicht mit Nickel oder anderen Verunreinigungen kontaminiert. Für diese Schritte werden Laborhandschuhe (8.2.15) getragen.

8.4.1.2 Es wird das spezifische Gewicht (die flächenbezogene Masse) des Cellulose_Laborpapiers (8.2.1) bestimmt, indem von dem Blatt ein Prüf_Quadrat von 5 cm × 5 cm zugeschnitten und dessen Abmessungen auf 0,25 mm mit einem Lineal oder gleichwertigen Hilfsmittel (8.2.2) gemessen werden. Dann wird das Prüf-Quadrat mit der Laborwaage (8.2.3) genau gewogen, und das spezifische Gewicht (mg je cm²) berechnet. Dieses

Prüf-Quadrat wird für seine künftige (Wieder-)Verwendung in demselben Päckchen wie das verbliebene Cellulose-Laborpapier aufbewahrt.

Die Bestimmung des spezifischen Gewichts (der flächenbezogenen Masse) anhand des Prüf-Quadrats muss jedes Mal unmittelbar bevor eine Anzahl Prüfstreifen von diesem Blatt (zugeschnitten und) gewogen wird, vorgenommen werden, weil das spezifische Gewicht von der relativen Feuchte zum Zeitpunkt des Zuschneidens und Wägens abhängt.

ANMERKUNG Diese Vorgehensweise beruht auf den Verfahren nach EN ISO 536.

Zum Zuschneiden eines Papier-Quadrats für die Bestimmung von dessen spezifischem Gewicht wird empfohlen, mit Zeichengeräten und einem schwarzen Stift ein Quadrat von 5 cm × 5 cm auf ein Stück Papier zu zeichnen. Dieses kann dann unter das Cellulose-Laborpapier gelegt werden, um beim Zuschneiden als Vorlage zu dienen.

8.4.1.3 Nach der Bestimmung des spezifischen Gewichts werden von dem Cellulose-Laborpapier (8.2.1) in einem Bereich nahe dem, wo das Prüf-Quadrat abgeschnitten wurde, Streifen zugeschnitten. Beim Zuschneiden des Cellulose-Laborpapiers muss dessen Papier-Seite (matte Oberfläche) nach oben und die mit Polyethylen beschichtete Seite nach unten gerichtet sein. Unter Zuhilfenahme einer Kunststoff-Anlegekante oder eines Lineals als Führung müssen mit dem Schneidwerkzeug Streifen mit einer Breite von 0,15 cm und breiter zugeschnitten werden. Für diesen Schritt kann auch eine Schere verwendet werden. Der lange Papierstreifen muss dann mit einer Schere in Teilstücke geeigneter Länge (etwa 0,8 cm bis 3 cm) geschnitten werden, um das Prüfpapier zu erhalten, d. h. das Papierstück, das für die Prüfung des Prüfmusters verwendet wird. Die Mindestmaße des Papiers hängen von der Empfindlichkeit des für die Bestimmung der resultierenden Nickelkonzentration verwendeten Gerätes ab – siehe 8.4.7.2.

Durch Verwendung einer mechanischen Stanze können Prüfpapierstücke in größeren Mengen hergestellt werden, wobei das Labor jedoch sicherstellen muss, dass dadurch das Papier nicht mit Nickel verunreinigt wird. Wird eine Stanze verwendet, ist es zulässig, die Schwankung der Masse innerhalb einer Probencharge zu überprüfen, statt jedes Stück zu wiegen. Es wird sichergestellt, dass sich die resultierende Unsicherheit nur geringfügig auf die Gesamtunsicherheit des Gesamt-Prüfverfahrens auswirkt.

Unregelmäßig geformte Papierstücke können verwendet werden, da ihr Flächeninhalt anhand ihrer Masse bestimmt wird. Es ist angemessen, mehr als ein Maß festzulegen/zu verwenden, da sich die verschiedenen Teile der Prüfmuster in ihren Maßen unterscheiden, und da die Prüfmuster unterschiedliche Abmessungen und Konstruktion aufweisen.

ANMERKUNG Die Fläche des aufgetragenen Prüfpapiers beeinflusst die Präzision des Gesamt-Ergebnisses: Je größer die Fläche des aufgetragenen Prüfpapiers, desto besser die Präzision der Migrationsprüfung. Andererseits könnte ein zu lang gewähltes Papierstück das Umwickeln schwierig machen.

8.4.1.4 Unmittelbar nach dem Wiegen des Prüf-Quadrats (8.4.1.2) wird der Flächeninhalt der Stücke des trockenen Prüfpapiers bestimmt. Jedes Stück wird mit der Laborwaage (8.2.3) genau gewogen (auf 0,1 mg oder besser), und sein Flächeninhalt wird anhand seiner Masse und des spezifischen Gewichts des Cellulose-Laborpapiers berechnet.

ANMERKUNG Dies kann vor der Prüfung für eine große Anzahl von Papierstücken erfolgen.

8.4.1.5 Sätze von Prüfpapierstücken umfassen die in Tabelle 2 gezeigten Kombinationen, d. h. rechter und linker Fassungsrand zusammen, rechter und linker Bügel zusammen, jeweils für jedes der beiden Prüfmuster, sowie Brücken oder obere Brücken der beiden Prüfmuster zusammen: d. h. insgesamt fünf Kombinationen und somit fünf Sätze (Röhrchen) für die beiden Prüfmuster zusammen.

Jeder einzelne Satz von Prüfpapierstücken wird in ein eigenes gekennzeichnetes Röhrchen gegeben, und der Gesamtflächeninhalt eines jeden Satzes wird zusammen mit der Kennnummer oder dem Kenn-Code des Röhrchens aufgezeichnet.

8.4.2 Zubereitung der künstlichen Schweißlösung

8.4.2.1 Allgemeines

Die Zusammensetzung und Zubereitung der künstlichen Schweißlösung müssen 8.4.2.2 bis 8.4.2.4 entsprechen.

Die künstliche Schweißlösung muss am Tag ihrer Verwendung zubereitet werden.

8.4.2.2 Reagenzien

Außer wenn anders angegeben, müssen alle Reagenzien dem Reinheitsgrad „zur Analyse“ oder besser entsprechen.

8.4.2.2.1 Deionisiertes Wasser nach EN ISO 3696, Qualität 2.

8.4.2.2.2 Natriumchlorid.

8.4.2.2.3 DL-Milchsäure, Massenanteil > 88 %.

8.4.2.2.4 Harnstoff, $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$.

8.4.2.2.5 Natriumhydroxid Pellets, Reinheit Massenanteil von ≥ 98 %, wasserfrei.

8.4.2.2.6 Zubereitung von 1 mol/l Natriumhydroxidlösung: Es werden $4 \text{ g} \pm 0,01 \text{ g}$ Natriumhydroxid (8.4.2.2.5) eingewogen, in ein 100-ml-Becherglas überführt und 50 ml deionisiertes Wasser (8.4.2.2.1) hinzugefügt. Unter Rühren wird auf Raumtemperatur abgekühlt. Die Lösung wird in einen 100-ml-Messkolben überführt und bis zur Marke mit deionisiertem Wasser (8.4.2.2.1) aufgefüllt.

8.4.2.2.7 Zubereitung von 0,1 mol/l Natriumhydroxidlösung: 25 ml der 1 mol/l-Natriumhydroxidlösung (8.4.2.2.6) werden in einen 250-ml-Messkolben gegeben und bis zur Marke mit deionisiertem Wasser (8.4.2.2.1) aufgefüllt.

Alternativ ist es möglich, 0,1 mol/l gebrauchsfertige Lösung zu verwenden.

8.4.2.2.8 Salzsäure, Massenanteil von 32 % bis 37 %.

8.4.2.2.9 Zubereitung von 0,1 mol/l Salzsäurelösung: 1 ml der Salzsäure (8.4.2.2.8) werden in einen 100-ml-Messkolben gegeben und bis zur Marke mit deionisiertem Wasser (8.4.2.2.1) aufgefüllt.

Alternativ ist es möglich, 0,1 mol/l gebrauchsfertige Lösung zu verwenden.

8.4.2.3 Geräte

8.4.2.3.1 pH-Messgerät, Fehlergrenze $\pm 0,05$ pH.

8.4.2.4 Zubereitung der künstlichen Schweißlösung

Die künstliche Schweißlösung besteht aus deionisiertem Wasser (8.4.2.2.1), welches Folgendes enthält:

- Massenanteil von 0,5 % Natriumchlorid (8.4.2.2.2);
- Massenanteil von 0,1 % Milchsäure (8.4.2.2.3);
- Massenanteil von 0,1 % Harnstoff (8.4.2.2.4); und
- 1 mol/l (8.4.2.2.6) und 0,1 mol/l (8.4.2.2.7) Natriumhydroxidlösung.

Die künstliche Schweißlösung muss wie folgt zubereitet werden:

900 ml frisch bereitgestelltes deionisiertes Wasser (8.4.2.2.1) werden in ein 1 000-ml-Becherglas gegossen. Es werden $1,00 \text{ g} \pm 0,01 \text{ g}$ Harnstoff (8.4.2.2.4), $5,00 \text{ g} \pm 0,05 \text{ g}$ Natriumchlorid (8.4.2.2.2) und $1,00 \text{ g} \pm 0,01 \text{ g}$ Milchsäure (8.4.2.2.3) zugegeben und es wird gerührt, bis alle zugesetzten Reagenzien gelöst sind.

Das pH-Messgerät (8.4.2.3.1) wird nach den Anweisungen des Herstellers mithilfe von Pufferlösungen des entsprechenden Bereiches kalibriert.

Die pH-Elektrode wird in die künstliche Schweißlösung eingetaucht und der pH-Wert wird gemessen. Langsam und vorsichtig wird tropfenweise ein Volumen von 1 mol/l Natriumhydroxidlösung (8.4.2.2.6) zugesetzt, bis ein pH-Wert von 5,50 erreicht ist, und anschließend wird unter ständigem Rühren langsam und vorsichtig tropfenweise ein Volumen von 0,1 mol/l Natriumhydroxidlösung (8.4.2.2.7) zugesetzt, bis ein pH-Wert von $6,50 \pm 0,05$ erreicht ist und stabil bleibt.

Der pH-Wert wird 10 min nach der letzten Zugabe der 0,1 mol/l Natriumhydroxidlösung gemessen, um sicherzustellen, dass der pH-Wert im Bereich von $6,50 \pm 0,05$ liegt.

Die Lösung wird in einen 1 000-ml-Messkolben überführt und bis zur Marke mit deionisiertem Wasser aufgefüllt. Vor der Verwendung wird sichergestellt, dass der pH-Wert der künstlichen Schweißlösung im Bereich von $6,50 \pm 0,05$ liegt.

Wenn es erforderlich ist, den pH-Wert der Lösung vor der Prüfung auf $6,50 \pm 0,05$ zu senken, muss dies durch langsame und vorsichtige, tropfenweise Zugabe eines Volumens von 0,1 mol/l Salzsäure (8.4.2.2.9) unter ständigem Rühren erfolgen.

Für jede Prüfung muss die künstliche Schweißlösung innerhalb der letzten 24 h zubereitet worden sein.

8.4.3 Tränken des Prüfpapiers mit der künstlichen Schweißlösung und Aufbringen auf das Prüfmuster

8.4.3.1 Die Prüfpapier-Stücke werden aus dem Röhrchen entnommen, und die Kennnummer oder der Kenn-Code des Satzes wird zusammen mit der Kennnummer oder dem Kenn-Code des Prüfstücks aufgezeichnet.

8.4.3.2 Die unbeschichtete Seite des Papiers wird identifiziert, und das Prüfpapier-Stück wird mit dieser Seite nach oben auf das saugfähige Papier (8.2.11) gelegt. Dann wird es, unter Verwendung der Pasteur-Pipette oder Mikropipette (8.2.10), mit künstlicher Schweißlösung (8.4.2) bis zur Sättigung getränkt. Es wird so viel künstliche Schweißlösung zugegeben, dass diese überläuft und das saugfähige Papier unter dem Prüfpapier die überschüssige Lösung aufnimmt. Durch visuelle Beobachtung wird nachgeprüft, wann das saugfähige Papier seine Farbe ändert, dies zeigt an, dass die Sättigung erreicht wurde.

Alternativ wird das Prüfpapier mithilfe eines geeigneten Werkzeuges vollständig in einen Behälter mit künstlicher Schweißlösung (8.4.2) getaucht, und anschließend auf das saugfähige Papier (8.2.11) getupft, so dass jegliche überschüssige Lösung ablaufen kann. Praktische Erfahrung wird benötigt, um zu entscheiden, ob der Papierstreifen mit der Längsachse waagrecht zu halten ist, so dass der Überschuss an der langen Seite ablaufen kann, oder ob das Prüfpapier mit seiner Längsachse senkrecht zu halten und das schmale untere Ende abzutupfen ist, bevor es auf das Prüfstück aufgebracht wird.

8.4.3.3 Dann wird das Prüfpapier sofort mit einer geeigneten Pinzette (8.2.2) auf den betreffenden Teil des Prüfmusters platziert — siehe Anhang E.

Für die Prüfung der Fassungsränder gibt es zwei Ansätze. Beim ersten, dem bevorzugten Verfahren kann eine mögliche Beschädigung der Beschichtung an der Innenseite des Fassungsrandes vermieden werden, indem die Gläser an ihrer Stelle belassen werden und das dehnbare Abdichtband über den Fassungsrand gefaltet und fest auf das Glas gepresst wird — siehe E.1. Dies kann jedoch zu einer schlechteren Abdichtung um das Prüfpapier herum als beim alternativen Verfahren führen, so dass entweder zugelassen wird, dass das Papier austrocknet,

oder dass kondensierte Feuchte hinunter in den Spalt zwischen dem Rand des Glases und dem Fassungsrand gelangen kann. Alternativ werden Stützscheiben oder Prüfgläser aus den Mittelteilen entfernt. Das dehnbare Abdichtband (8.2.12) kann dann über das Prüfpapier und den Fassungsrand gefaltet werden.

8.4.3.4 Es wird mit einem Stück Abdichtband mit geeigneten Maßen abgedichtet, so dass das Prüfpapier sicher an der vorgesehenen Stelle fixiert und die Verdunstung der künstlichen Schweißlösung verhindert wird.

Siehe normativen Anhang E für weitere Einzelheiten dazu, wo das Prüfpapier aufzubringen ist, sowie zum Umwickeln oder Falten.

**WARNUNG — Das Platzieren des Prüfpapiers und dessen Abdichten sind kritische Schritte im Gesamt-
ablauf der Prüfung. Um diese Schritte in geeigneter Weise durchzuführen, und dabei sicherzustellen,
dass sich das Prüfpapier während des Umwickelns oder Faltverfahrens nicht bewegt, ist eine Schulung
des Prüfers erforderlich.**

8.4.4 Blindprobe

Mit jeder Charge von Prüfmustern muss eine Blindprobe vorbereitet und analysiert werden.

Dazu wird ein Stück Prüfpapier mit einer Fläche, die mindestens der in 8.4.7.1 angegebenen Fläche entspricht, nach 8.4.3.2 getränkt.

Das als Blindprobe dienende Papierstück wird unter Verwendung des entsprechenden Volumens von 2 %iger Salpetersäure nach 8.4.7.2 extrahiert.

Die erhaltene Lösung wird nach 8.4.7.3 auf Nickel analysiert.

8.4.5 Inkubation des Prüfmusters mit dem aufgetragenen Prüfpapier (Nickelabgabe in das Papier)

Innerhalb von 30 min nach dem Abdichten werden die Prüfmuster in den Klimaschrank bei einer Temperatur von $30\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ und einer relativen Luftfeuchte von mindestens 95 % gelegt. Die Prüfmuster werden $168\text{ h} \pm 2\text{ h}$ (d. h. 7 Tage) inkubiert und sodann aus dem Klimaschrank herausgenommen. Die Prüfmuster müssen waagrecht angeordnet werden, um das Risiko zu vermeiden, dass Kondensflüssigkeit am Prüfstück hinunter und unter das Abdichtband läuft, und so, dass die Prüfmuster nicht miteinander in Berührung kommen, um eine wechselseitige Kontamination zu vermeiden.

8.4.6 Abnehmen des Prüfpapiers von den Prüfmustern

Unmittelbar nach dem Herausnehmen der Prüfmuster aus dem Klimaschrank wird das Abdichtband geöffnet (falls gefaltet) oder aufgeschnitten (falls umwickelt), und das Prüfpapier wird mit einer geeigneten Pinzette (8.2.2) abgenommen, dann werden die Prüfpapier-Stücke einer jeden Kombination in ein mit einer Messskala versehenes Polyethylen-Röhrchen gegeben, und die zugewiesenen Kennnummern oder -codes werden aufgezeichnet. Sodann wird mit der Analyse fortgefahren (siehe 8.4.7).

**WARNUNG — Beim Abnehmen des Prüfpapiers vom Prüfmuster kann dieses in Stücke zerreißen. Dar-
auf achten, dass alle Stücke einschließlich derjenigen, die auf dem Abdichtband haften, wiedergefun-
den werden.**

Sobald sich die Prüfpapier-Stücke in dem geschlossenen Röhrchen befinden, sollte die Nickelanalyse innerhalb von höchstens 3 Tagen durchgeführt werden.

8.4.7 Analyse der Prüfpapier-Stücke auf Nickel

8.4.7.1 Allgemeines

Die Analyse der Prüfpapier-Stücke auf Nickel beruht auf der Extraktion in 2 %iger Salpetersäure, gefolgt von ICP-OES, ICP-MS oder GFAAS.

E DIN EN 16128:2024-07
prEN 16128:2024 (D)

Alternative Verfahren, z. B. Verfahren der Feststoffanalyse, können angewendet werden, wenn gezeigt wird, dass deren Ergebnisse gleichwertig sind.

Das Labor sollte ausgehend von der Empfindlichkeit seiner Geräte und daher mit Kenntnis der Mindestmasse an Nickel, die nachgewiesen werden kann, die Mindestprüffläche berechnen, die angewendet werden kann. Falls es die Abmessungen des Prüfmusters jedoch erlauben, muss eine größere Fläche als diese Mindestfläche verwendet werden, da dadurch repräsentativere und zuverlässigere Ergebnisse erzielt werden.

ANMERKUNG Siehe 8.3.1 und Anhang E.

8.4.7.2 Extraktionsverfahren

In Abhängigkeit von den Anforderungen des für die Analyse verwendeten Gerätes wird ein Volumen zwischen 3 ml und 5 ml 2 %iger Salpetersäure in das mit Messskale versehene Polyethylen-Röhrchen mit den Prüfpapier-Stücken gegeben.

Das Röhrchen wird bei Raumtemperatur in ein Ultraschallbad gegeben; das Röhrchen wird 15 min ohne Wärmezufuhr dem Ultraschall ausgesetzt.

ANMERKUNG Das Prüfpapier wird sich nicht auflösen.

Das Röhrchen wird vorsichtig aus dem Ultraschallbad entnommen.

Dann wird damit fortgefahren, die Nickelkonzentration in der Extraktionslösung zu bestimmen (siehe 8.4.7.3), vorzugsweise am selben Tag wie die Extraktion. Falls es nicht möglich ist, die Nickelkonzentration am selben Tag zu bestimmen, sollten die Extraktionslösung, die Lösung von Blindproben (8.4.4) und jegliche Kalibrierlösungen [8.4.7.3 b)] in einem Kühlschrank unter 10 °C gelagert werden.

8.4.7.3 Bestimmung der Nickellässigkeit

Die Bestimmung des Nickels in der Extraktionslösung muss nach einem genormten Verfahren durchgeführt werden.

ANMERKUNG Genormte Verfahren sind z. B. EN ISO 11885 (ICP-OES) und EN ISO 17294-2 (ICP-MS).

Die folgenden wesentlichen Punkte müssen beachtet werden:

a) Nachweisgrenze:

- 1) Wenn die gemessene Konzentration der Nickellässigkeit unterhalb der Nachweisgrenze des zur Analyse verwendeten Spektrometers liegt, muss das Ergebnis angegeben werden als eine Nickellässigkeit von z. B. $< x \mu\text{g} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{Woche}^{-1}$, wobei x die Nachweisgrenze, in μg , ist.
- 2) Wenn es erforderlich ist, die Extraktionslösung für Messzwecke zu verdünnen, muss die Nickelkonzentration der verdünnten Extraktionslösung oberhalb der Bestimmungsgrenze des zur Analyse verwendeten Spektrometers liegen.
- 3) Ein Analysegerät, das in der Lage ist, eine Konzentration von 0,01 mg Nickel je Liter in der endgültigen Freisetzungslösung nachzuweisen.

b) Kalibrierung: Die zur Nickelbestimmung verwendeten Kalibrierlösungen müssen mit der Matrix der Extraktionslösung und, falls erforderlich, mit der verdünnten Extraktionslösung zuzüglich jeglicher zugesetzter 2 %iger Salpetersäure übereinstimmen. Der Konzentrationsbereich der Kalibrierlösungen muss so gewählt werden, dass diese genau die Nickelkonzentrationen in der Extraktionslösung und, falls erforderlich, in der verdünnten Extraktionslösung bestimmen können.

c) Die Kalibrierung wird mit einer zertifizierten Standardlösung überprüft, die von einem anderen Lieferanten stammt als von dem, von dem die Kalibrierlösungen hergestellt wurden.