

DIN EN 17351



ICS 13.020.55

Einsprüche bis 2019-03-18

Entwurf

**Biobasierte Produkte –
Sauerstoffgehalt –
Bestimmung des Sauerstoffgehaltes unter Verwendung eines
Elementaranalysators;
Deutsche und Englische Fassung prEN 17351:2019**

Bio-based products –
Determination of the oxygen content using an elemental analyser;
German and English version prEN 17351:2019

Produits biosourcés –
Teneur en oxygène –
Détermination de la teneur en oxygène à l'aide d'un analyseur d'éléments;
Version allemande et anglaise prEN 17351:2019

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2019-01-18 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 nagus@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 Grundlagen des Umweltschutzes (NAGUS), 10772 Berlin, Saatwinkler Damm 42/43, 13627 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 29 Seiten

DIN-Normenausschuss Grundlagen des Umweltschutzes (NAGUS)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17351:2019) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 411 „Biobasierte Produkte“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Für die deutsche Mitarbeit ist der Arbeitsausschuss NA 172-00-11 AA „Biobasierte Produkte“ im DIN-Normenausschuss Grundlagen des Umweltschutzes (NAGUS) verantwortlich.

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.

Biobasierte Produkte — Sauerstoffgehalt — Bestimmung des Sauerstoffgehaltes unter Verwendung eines Elementaranalysators

Produits biosourcés — Teneur en oxygène — Détermination de la teneur en oxygène à l'aide d'un analyseur d'éléments

Bio-based products — Determination of the oxygen content using an elemental analyser

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm

Dokument-Untertyp:

Dokument-Stage: CEN-Umfrage

Dokument-Sprache: D

STD Version 2.9d

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	6
5 Allgemeine Anforderungen an die Bestimmung des Sauerstoffgehaltes	6
6 Reagenzien	7
7 Gerät	7
8 Probenahme	7
9 Messverfahren	8
9.1 Probenvorbereitung	8
9.2 Kalibrierung	8
9.3 Messung	8
9.3.1 Generische Messung	8
9.3.2 Hygroskopisches Material	8
9.4 Blindwertbestimmung	9
9.5 Systemeinstellungen	9
10 Berechnung des Sauerstoffgehaltes	10
11 Prüfbericht	10
Anhang A (normativ) Leistungsmerkmale	11
Literaturhinweise	13

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17351:2019) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 411 „Biobasierte Produkte“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wurde im Rahmen eines Mandates erarbeitet, das die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone CEN erteilt haben.

Einleitung

Biobasierte Produkte aus der Land- und Forstwirtschaft, wie z. B. Papier, Karton und verschiedene Chemikalien und Materialien, blicken auf eine lange Verwendungsgeschichte zurück. In den letzten Jahrzehnten haben sich neue biobasierte Produkte am Markt etabliert. Einige Gründe für das gestiegene Interesse liegen in den Vorteilen, die biobasierte Produkte mit Blick auf die Erschöpfung der fossilen Ressourcen und den Klimawandel bieten. Biobasierte Produkte bieten möglicherweise auch zusätzliche Produktfunktionalitäten. Dies hat eine Innovationswelle ausgelöst, und die Schaffung von neuem Wissen sowie die Entwicklung neuer Technologien machen neue Umwandlungsprozesse und Produktentwicklungen möglich.

Unter der Berücksichtigung der Notwendigkeit für gemeinsame Normen zu biobasierten Produkten hat die Europäische Kommission das Mandat M/492¹⁾ erteilt, unter dem das CEN/TC 411 eine Reihe von Normen erarbeitet hat, deren Hauptaugenmerk auf biobasierten Produkten liegt, die nicht in die Bereiche Lebens- und Futtermittel sowie Biomasse für Energieanwendungen fallen.

Die Normen des CEN/TC 411 „Biobasierte Produkte“ bieten eine gemeinsame Grundlage für die folgenden Aspekte:

- gemeinsame Terminologie;
- Bestimmung des biobasierten Gehalts;
- Ökobilanz (en: Life Cycle Assessment, LCA);
- Nachhaltigkeitsaspekte;
- Deklarationsinstrumente.

Es ist wichtig zu verstehen, was durch den Begriff „biobasiertes Produkt“ abgedeckt wird und wie der Begriff verwendet wird. Der Begriff „biobasiert“ bedeutet „von Biomasse abgeleitet“. Biobasierte Produkte (Flaschen, Dämmwerkstoffe, Holz und Holzprodukte, Papier, Lösemittel, chemische Zwischenprodukte, Verbundwerkstoffe usw.) sind Produkte, die vollständig oder teilweise von Biomasse abgeleitet sind. Von erheblicher Bedeutung ist es, die Menge der im Produkt enthaltenen Biomasse zu charakterisieren, zum Beispiel den biobasierten Gehalt oder den Gehalt an biobasiertem Kohlenstoff.

Der biobasierte Gehalt eines Produkts bietet keine Informationen über dessen Umweltauswirkung oder Nachhaltigkeit; diese dürfen anhand von Ökobilanzen und Nachhaltigkeitskriterien beurteilt werden. Darüber hinaus wird durch einen harmonisierten Rahmen für die Zertifizierung und Deklaration die transparente und eindeutige Kommunikation innerhalb biobasierter Wertschöpfungsketten erleichtert.

Dieses Dokument wurde mit dem Ziel erarbeitet, ein Verfahren zur Bestimmung des Sauerstoffgehaltes in biobasierten Produkten unter Verwendung eines Elementaranalysators festzulegen. Dieses Dokument enthält die Referenzprüfverfahren für Laboratorien, Hersteller, Lieferanten und Käufer von biobasierten Produktwerkstoffen und Produkten. Es ist möglicherweise auch für Behörden und Überwachungsorganisationen hilfreich.

Ein Teil der Forschung, die zu diesem Dokument führt, wurde im Rahmen des 7. Forschungsrahmenprogramms der Europäischen Union Open-Bio durchgeführt (siehe biobasedeconomy.eu).

1) Ein Mandat ist eine Normungsaufgabe, die in die europäischen Handelsgesetze eingebettet ist. Das Mandat M/492 richtet sich an die europäischen Normungsgremien, CEN, CENELEC und ETSI zur Entwicklung horizontaler Europäischer Normen für biobasierte Produkte.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung des Sauerstoffgehaltes in biobasierten Produkten unter Verwendung eines Elementaranalysators fest. Der Anwendungsbereich ist auf Produkte mit den Elementen C, H, O, N, Cl, Br und I ohne F begrenzt, die mindestens 95 % der Zusammensetzung des zu analysierenden Produkts ausmachen.

ANMERKUNG 1 Biobasierte Werkstoffe können anorganische Bestandteile enthalten. Sauerstoff in diesen anorganischen Bestandteilen ist nicht biobasiert, aber er trägt trotzdem zur durch die folgenden beschriebenen Verfahren bestimmten Sauerstoffmenge bei und beeinflusst deshalb die Ergebnisse in Bezug auf den Sauerstoffgehalt.

ANMERKUNG 2 Obwohl dieses Dokument zum Zweck der Bestimmungen in Bezug auf den biobasierten Gehalt erarbeitet wurde, kann es ebenso als eigenständige Norm zur Bestimmung von Sauerstoff in organischen Verbindungen verwendet werden.

ANMERKUNG 3 Für die Anwendung dieses Dokuments wird der Begriff „% (m/m)“ zur Darstellung der Masse (μ) eines Werkstoffs verwendet.

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 16575, *Biobasierte Produkte — Terminologie*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach EN 16575 und die folgenden Begriffe.

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

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

3.1

Laboratoriumsprobe

Teilmenge einer Probe, die für Laborprüfungen geeignet ist

3.2

Probe

Menge eines Materials, die repräsentativ für eine größere Menge ist, deren Eigenschaft zu bestimmen ist

3.3

Probenvorbereitung

alle Tätigkeiten, die zum Erhalt von repräsentativen Analysenproben oder Prüfmengen aus der ursprünglichen Probe ausgeführt werden

4 Kurzbeschreibung

Einer der Hauptbestandteile biobasierter Produkte ist Sauerstoff. Die Sauerstoffmenge wird unter Verwendung eines Elementaranalysators bestimmt. Die getrocknete Probe wird unter Schutzgasstrom (z. B. Helium, Argon, Stickstoff) in einer Reaktionssäule bei geeigneter Temperatur thermisch zersetzt. Die gasförmigen Pyrolyseprodukte werden Aktivkohle zur Nickeladsorption, Ruß oder Glaskohlenstoff bei üblichen Temperaturen ausgesetzt, wie in Tabelle 1 gezeigt. Der in den Pyrolysegasen vorhandene Sauerstoff wird in Kohlenstoffmonoxid umgewandelt. Das entstandene Wasser wird mit einer mit Magnesiumperchlorat gefüllten Säule entzogen. Das Kohlenstoffmonoxid wird anschließend auf einer Säule getrennt und unter Verwendung eines Wärmeleitfähigkeitsdetektors oder eines NDIR-CO-Sensors gemessen.

Tabelle 1 — Reaktant und Pyrolysetemperaturen

Reaktant	Pyrolysetemperaturen
Aktivkohle zur Nickeladsorption	1 060 °C
Ruß	1 100 °C
Glaskohlenstoff	1 400 °C

ANMERKUNG 1 Es besteht eine Beschränkung für Bestandteile mit Fluor. Fluor ist in der Sauerstoffanalyse verboten, es greift das Glas nach folgender Reaktion an: $F + SiO_2 \rightarrow SiF_4 + O_2$. Die Reaktion führt dazu, dass die Sauerstoffmessung höher ist als der tatsächliche Wert

Einige anorganische Verbindungen mit Sauerstoff tragen auch zur gemessenen Sauerstoffkonzentration in der Probe bei (z. B. Carbonate). Die Einflüsse dieser Verbindungen sollten durch Analyse der reinen anorganischen Verbindung bewertet werden.

5 Allgemeine Anforderungen an die Bestimmung des Sauerstoffgehaltes

Einer der Hauptbestandteile biobasierter Produkte ist Sauerstoff. Die Sauerstoffmenge kann unter Verwendung eines Elementaranalysators bestimmt werden. Der in Wasser vorhandene Sauerstoff wird auch gemessen, die Probe sollte deshalb, sofern möglich, getrocknet werden. Wenn eine Trocknung nicht möglich ist, muss der Sauerstoffgehalt in Bezug auf den Wassergehalt korrigiert werden.

Festproben, die luftgetrocknet sind, haben in der Regel einen Wassergehalt unter 5 %. Die Analyse der luftgetrockneten Probe ist möglich, die Korrektur für den Wassergehalt der luftgetrockneten Probe muss mit Gleichung (2) in Abschnitt 10 berechnet werden.

Für flüssige Proben mit einem Wassergehalt unter 5 % darf die Analyse auch direkt erfolgen. Eine Korrektur muss nach Gleichung (2) erfolgen. Die Bestimmung des Wassergehalts flüssiger Proben darf unter Verwendung von Standardverfahren (z. B. Karl-Fischer-Titration, Destillation mit Dean-Stark-Wasserabscheider und Toluol) ausgeführt werden.

Für Proben mit einem höheren Wassergehalt muss das vorhandene Wasser entfernt werden.

ACHTUNG — Proben mit flüchtigen organischen Verbindungen können nicht ohne Verluste dieser flüchtigen Stoffe getrocknet werden.

Wenn keine Möglichkeiten zur Entfernung des Wassergehalts aus der Probe verfügbar sind, müssen die Sauerstoff enthaltenden Bestandteile in den einzelnen im Produkt vorhandenen Rohstoffen getrennt analysiert werden. Der Sauerstoffgehalt des Produkts darf durch Rekombination der Einzelergebnisse der Rohstoffe berechnet werden.

6 Reagenzien

6.1 Standardreagenzien mit verschiedenem Sauerstoffgehalt müssen zur Überprüfung der Kalibrierung verwendet werden. Tabelle 2 zeigt Beispiele dazu.

Tabelle 2 — Beispiele von Reagenzien mit unterschiedlichem Sauerstoffgehalt

Reagenz	Summenformel	Sauerstoffgehalt
Benzoessäure	C ₆ H ₅ COOH	26,20 % O (m/m)
[Tris(hydroxymethyl)aminomethan]	C ₄ H ₁₁ N ₃ O ₃	39,62 % O (m/m)
Acetanilid	C ₈ H ₉ NO	18,4 % O (m/m)
Valin		27,31 % O (m/m)
Tryptophan		15,67 % O (m/m)
Salicylessigsäure		35,52 % O (m/m)

6.2 Helium-, Argon- oder Stickstoffgas, mit einer Reinheit von 99,995 %.

7 Gerät

7.1 Elementaranalysator, geeignet zur Sauerstoffbestimmung;

WICHTIG — Eine Reihe von Elementaranalysatoren ist mit einem Probenlagerungssystem ausgestattet, das mit einem Trockengas gespült wird. Mit diesen Analysatoren wird die Aufnahme von am Probenbehältnis und an der getrockneten Probe anhaftendem Wasser verhindert. Wenn das Probenlagerungssystem jedoch in direktem Kontakt mit der Laborluft ist und die Probenbehältnisse nicht dicht verschlossen sind, muss der Wassergehalt einer kurz zuvor luftgetrockneten Probe zur Wasserkorrektur verwendet werden.

7.2 Chromatographische Hardware und Software (gegebenenfalls);

7.3 Verpacktes Pyrolyseröhrchen;

7.4 Trennsäule (z. B. Porapak QS 1,0 m × 6 mm OD);

7.5 Probenbehältnisse, siehe Empfehlungen des Herstellers (zum Beispiel Silberkapseln gepresst, Silberkapseln mit glatter Wand, Silberfolienscheiben)

7.6 Mikrowaage, Auflösung 0,001 mg;

7.7 Fräseinrichtung.

8 Probenahme

Es wird eine homogene, repräsentative Probe genommen, nach Möglichkeit vorher getrocknet. Diese Laboratoriumsprobe muss für das betroffene Produkt repräsentativ sein. Sofern verfügbar, müssen Produktprobenahmeverfahren zur Bestimmung der elementaren Zusammensetzung verwendet und die Einzelheiten dokumentiert werden.

ANMERKUNG Eine informative Liste geeigneter genormter Probenahmeverfahren ist in EN 16785-1 angegeben.