

DIN EN 17681-2

ICS 59.080.01

Einsprüche bis 2021-08-18

Entwurf

**Textilien und textile Erzeugnisse –
Organisches Fluor –
Teil 2: Bestimmung des Gehaltes an flüchtigen Verbindungen durch
Extraktionsverfahren mittels Gaschromatographie;
Deutsche und Englische Fassung prEN 17681-2:2021**

Textiles and textile products –
Organic fluorine –

Part 2: Determination of volatile compounds by extraction method using gas chromatography;
German and English version prEN 17681-2:2021

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2021-06-18 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 nmp@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 Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin oder 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 45 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17681-2:2021) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 248 „Textilien und textile Erzeugnisse“ erarbeitet, dessen Sekretariat von BSI (Vereinigtes Königreich) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-05-12 AA „Textilchemische Prüfverfahren und Fasertrennung“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

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

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Titel de: Textilien und textile Erzeugnisse — Organisches Fluor — Teil 2:
Bestimmung des Gehaltes an flüchtigen Verbindungen durch
Extraktionsverfahren mittels Gaschromatographie

Titel en: Textiles and textile products — Organic fluorine — Part 2: Determination
of volatile compounds by extraction method using gas chromatography

Titel fr:

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	9
2 Normative Verweisungen	9
3 Begriffe	9
4 Kurzbeschreibung des Verfahrens	9
5 Reagenzien	10
6 Prüfeinrichtung	10
7 Probenahme	11
7.1 Allgemeines	11
7.2 Probenahme basierend auf der Fläche	11
7.3 Probenahme basierend auf der Masse	11
7.4 Vorbereitung	11
7.4.1 Vorbereitung der Messproben	11
8 Durchführung	11
8.1 Herstellung von Stammlösungen	11
8.2 Herstellung der Lösung des internen Standards	11
8.3 Herstellung von Kalibrierlösungen	11
8.4 Extraktion	12
8.5 Analyse	12
9 Angabe der Ergebnisse	12
9.1 Kalibrierung	12
9.2 Berechnung der Ergebnisse	12
9.3 Berechnung der Ergebnisse einer Summe	13
9.4 Nachweisgrenze (LoD) und Bestimmungsgrenze (LoQ)	13
10 Prüfbericht	13
Anhang A (normativ) Verwendbare Ionen und LOQ für die PFAS-Analyse mittels GC	15
A.1 Anwendung von GC-MS/MS	15
A.2 Anwendung von GC-MS/PCI	16
A.3 Anwendung von GC-MS/EI	17
Anhang B (informativ) Störungen bei der GC	18
Anhang C (informativ) Nicht regulierte PFAS	19
Anhang D (informativ) Chromatographische Bedingungen	20
D.1 GC-MS/PCI	20
D.2 GC-MS/EI	21
Literaturhinweise	22

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17681-2:2021) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 248 „Textilien und textile Erzeugnisse“ erarbeitet, dessen Sekretariat von BSI gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Einleitung

In der Europäischen Union sind nach der Verordnung (EU) 2019/1021 über persistente organische Schadstoffe (POP, en: persistent organic pollutants), Artikel 3, Abschnitt 1, in Verbindung mit Anhang I, geändert durch die delegierte Verordnung (EU) 2020/784, die Herstellung, das Inverkehrbringen und die Verwendung von Perfluorooctansäure (PFOA), ihrer Salze und von PFOA-verwandten Verbindungen als solche, in Gemischen oder in Erzeugnissen verboten. Dies gilt zusätzlich zu dem bestehenden Verbot von Perfluorooctansulfonsäure und ihren Derivaten (PFOS).

Nach Artikel 4, Absatz 1 (b) gilt das nicht für Stoffe, die gemäß den Angaben in den einschlägigen Einträgen in Anhang I als unbeabsichtigte Spurenverunreinigung in Stoffen, Gemischen oder Erzeugnissen vorhanden sind.

Anhang I, Teil A, der Perfluorooctansulfonsäure und ihre Derivate (PFOS) beschreibt, enthält die spezifische Ausnahme (Punkt 2) für Konzentrationen von PFOS in Halbfertigerzeugnissen oder Erzeugnissen oder Bestandteilen davon, wenn die PFOS-Konzentration weniger als 0,1 Gew.-% beträgt, berechnet im Verhältnis zur Masse der strukturell oder mikrostrukturell verschiedenartigen Bestandteile, die PFOS enthalten, oder – bei Textilien oder anderen beschichteten Werkstoffen – wenn der PFOS-Anteil weniger als $1 \mu\text{g}/\text{m}^2$ des beschichteten Materials beträgt. PFOS-Verbindungen haben die Formel $\text{C}_8\text{F}_{17}\text{SO}_2\text{X}$ mit $\text{X} = \text{OH}$, Metallsalze (O-M^+), Halogenide, Amide und andere Derivate einschließlich Polymere.

In Anhang I heißt es außerdem (Punkt 5), dass Normen, sobald sie vom Europäischen Komitee für Normung (CEN) erlassen wurden, als Analyseverfahren für den Nachweis der Übereinstimmung von Erzeugnissen mit Punkt 2 verwendet werden müssen.

Anhang I, Teil A, der Perfluorooctansäure (PFOA), ihre Salze und PFOA-verwandte Verbindungen beschreibt, enthält die spezifische Ausnahme (Punkt 1) für Konzentrationen von PFOA oder ihrer Salze von höchstens $0,025 \text{ mg/kg}$ ($0,000\,002\,5 \text{ Gew.-%}$), wenn sie in Stoffen, Gemischen oder Erzeugnissen vorhanden ist bzw. sind. Außerdem (Punkt 2) ist Artikel 4(1) für Konzentrationen einer einzelnen PFOA-verwandten Verbindung oder einer Kombination von PFOA-verwandten Verbindungen von höchstens 1 mg/kg ($0,000\,1 \text{ Gew.-%}$) anzuwenden, wenn sie in Stoffen, Gemischen oder Erzeugnissen vorhanden ist bzw. sind.

PFOA, ihre Salze und PFOA-verwandte Verbindungen umfasst:

- i) Perfluorooctansäure, einschließlich ihrer verzweigten Isomere;
- ii) ihre Salze;
- iii) PFOA-verwandte Verbindungen, bei denen es sich für die Zwecke des Übereinkommens um Stoffe handelt, die zu PFOA abgebaut werden, einschließlich Stoffen (auch Salze und Polymere), die eine lineare oder verzweigte Perfluorheptylgruppe mit dem Bestandteil $(\text{C}_7\text{F}_{15})\text{C}$ als Strukturelement aufweisen.

Die folgenden Verbindungen werden nicht als PFOA-verwandte Verbindungen aufgenommen:

- i) $\text{C}_8\text{F}_{17}\text{-X}$, wobei $\text{X} = \text{F}, \text{Cl}, \text{Br}$;
- ii) Fluorpolymere, die unter $\text{CF}_3[\text{CF}_2]_n\text{-R}'$ fallen, wobei $\text{R}' = \text{jegliche Gruppe}$, $n > 16$;
- iii) Perfluoralkylcarboxylsäuren (einschließlich ihrer Salze, Ester, Halide und Anhydride) mit ≥ 8 perfluorierten Kohlenstoffatomen;

- iv) Perfluoralkansulfonsäuren und Perfluorphosphonsäuren (einschließlich ihrer Salze, Ester, Halide und Anhydride) mit ≥ 9 perfluorierten Kohlenstoffatomen;
- v) Perfluorooctansulfonsäure und ihre Derivate (PFOS), wie in Anhang I aufgeführt.

Als eine weitere Ausnahme in Anhang I Teil A (Punkt 5 c) sind die Herstellung, das Inverkehrbringen und die Verwendung von PFOA, ihrer Salze und von PFOA-verwandten Verbindungen in öl- und wasserabweisenden Textilien zum Schutz von Arbeitnehmern vor gefährlichen Flüssigkeiten, die Risiken für ihre Gesundheit und Sicherheit darstellen, bis zum 4. Juli 2023 zulässig.

Verschiedene per- und polyfluorierte Alkylsubstanzen (PFAS, en: per- and poly-fluorinated alkylated substances), die nicht nach der Verordnung über POP beschränkt sind, wurden als besonders besorgniserregende Stoffe (SVHC, en: Substances of Very High Concern) in die Liste der in Frage kommenden Stoffe nach der Verordnung (EG) Nr. 1907/2006 (REACH), Artikel 59, aufgenommen.

Per- und polyfluorierte Verbindungen von C4 bis C14 (PFAS) kommen zum Beispiel in schmutz- und wasserabweisenden Oberflächenausführungen (Zurichtungen) in Textilien vor oder können als Verunreinigungen (z. B. aus Wasserquellen) einbracht werden. Kategorien von PFAS sind in Tabelle 1 angeführt. In Tabelle 2 sind die Klassen regulierter Verbindungen (d. h. aufgeführt in einer Verordnung) aufgeführt, einschließlich Säuren, Telomere, Sulfonate und Sulfonamidalkohole. Besorgniserregende Verbindungen (d. h. noch nicht in einer Verordnung aufgeführt) sind im informativen Anhang C aufgeführt.

Tabelle 1 — Kategorien von PFAS

Art von PFAS	Untergruppe	Anwendungen		Kategorie
		Verwendung	Verunreinigungsquellen ^a	
PFAS-Salze	K ⁺ -, Li ⁺ -, Diethanolamin-(DEA-)Salz Analysiert als Säuren	Oberflächenaktive Substanz (Tensid) für alkalische Reiniger	Oberflächenaktive Substanz in Löschschaum, Emulgator in Fußbodenpoliturnebeln, Unterdrückungsmittel für Galvanisierungsbäder (Metallplattierungsbäder), oberflächenaktive Substanz für Ätzsäuren für Leiterplatten, Pestizidwirkstoff für Ameisenköderfallen	A
	Amine		Mittel zur Sprühnebelunterdrückung für Galvanisierungsbäder	B
	Ammoniumsalze Analysiert als Säuren		Emulgator bei der Produktion von Fluorpolymeren	C
	Amphotere Tenside	wasser-/lösemittel-abweisende Eigenschaft bei Leder/Papier		D

Art von PFAS	Untergruppe	Anwendungen		Kategorie
		Verwendung	Verunreinigungsquellen ^a	
PFAS	Carboxylate		Antistatikum in Fotopapier	E
	Amide		Pestizidwirkstoff	F
	Oxazolidinone		Wasserfester Verguss (Elektronik)	G
PFAS-Polymere/Oligomere	Alkohole, Silane, Alkoxylates, Fettsäureester, Adipate, Urethane, Polyester, Acrylate	Schmutz-/wasser-abweisende Eigenschaft bei Teppichen, Gewebe/Polster, Kleidung, Leder, Metall/Glas		H
	Copolymere, Phosphatester	Wasserabweisende Eigenschaft bei Teppich, Gewebe/Polster, Kleidung, Leder, Metall/Glas	Schmutz-/öl-/wasser-abweisende Eigenschaften bei Platten/Tellern, Lebensmittelbehältern, Taschen/Tüten, Verpackungen, Faltschachteln, Behältern, Selbstdurchschreibeformularen, Abdeckpapieren	I
^a Diese Substanzen sind für den Herstellungsprozess von Textilien nicht relevant, es ist jedoch möglich, dass sie als Verunreinigungen vorkommen.				

Tabelle 2 — Regulierte PFAS

Nr.	Chemikalien		CAS-Nr.	LC	GC	Rechtsvorschrift (§) ^a	PFAS-Kategorie (Tabelle 1)
Perfluorierte Carboxylsäuren							
1	PFHxA	Undecafluorhexansäure	307-24-4	x		unter Bewertung (REACH)	A und C
2 ^b	PFOA	Pentadecafluorooctansäure	335-67-1	x		POP	A und C
2.2 ^b		Salze der Pentadecafluorooctansäure		x		POP	C A A A A
	APFO	— Ammoniumpentadecafluorooctanoat	3825-26-1				
	Na-PFO	— Natriumpentadecafluorooctanoat	335-95-5				
	K-PFO	— Kaliumpentadecafluorooctanoat	2395-00-8				
	Ag-PFO	— Silber(1+)pentadecafluorooctanoat	335-93-3				
	F-PFO	— Perfluorooctanoylfluorid	335-60-0				
3 ^b	8:2 FTS	1H,1H,2H,2H-Perfluor-n-decansulfonsäure	39108-34-4	x		POP	A
4 ^b	Me-PFOA	Methylperfluorooctanoat	376-27-2		x	POP	H
5 ^b	Et-PFOA	Ethylperfluorooctanoat	3108-24-5		x	POP	H

Nr.	Chemikalien		CAS-Nr.	LC	GC	Rechts- vorschrift (§) ^a	PFAS- Kategorie (Tabelle 1)
6	PFNA	n-Heptadecafluornonansäure	375-95-1	x		REACH (SVHC)	
7	PFDA	Nonadecafluordecansäure	335-76-2	x		REACH (SVHC)	
8	PFUnA	Henicosafuorundecansäure	2058-94-8	x		REACH (SVHC)	
9	PFDoA	Tricosafuordodecansäure	307-55-1	x		REACH (SVHC)	
10	PFTrA	Pentacosafuortridecansäure	72629-94-8	x		REACH (SVHC)	
11	PFTeA	Heptacosafuortetradecansäure	376-06-7	x		REACH (SVHC)	
12	PF-3,7-DMOA	Perfluor(3,7-dimethyloctansäure)	172155-07-6	x		POP	
13 ^b	4HPFUnA	2H,2H,3H,3H-Perfluorundecansäure	34598-33-9	x		POP	
Perfluorierte Sulfonsäuren							
14	PFBS	Perfluorbutansulfonsäure	375-73-5	x		REACH (SVHC)	A
15	PFHxS	Perfluorhexansulfonsäure	355-46-4	x		REACH (SVHC)	H
16 ^c	PFOS	Perfluoroctansulfonsäure	1763-23-1	x		POP	H
16.2 ^c	PFOS-X	Salze der Perfluoroctansulfonsäure C ₈ F ₁₇ SO ₂ X — Kaliumheptadecafluoroctan-1-sulfonat — Lithiumheptadecafluoroctansulfonat — Ammoniumheptadecafluoroctan-sulfonat — Diethanolammoniumperfluoroctan-sulfonat — Tetraethylammoniumheptadecafluoroctansulfonat	2795-39-3 29457-72-5 29081-56-9 70225-14-8 56773-42-3	x		POP	A A A A A
Perfluoroctansulfonamide (FOSA)							
17	PFOSA	Perfluoroctansulfonamid	754-91-6	x		POP	F
18	N-MeFOSA	Heptadecafluor-N-methyloctansulfonamid	31506-32-8	x		POP	F
19	N-EtFOSA	N-Ethylheptadecafluoroctansulfonamid	4151-50-2	x		POP	F
Perfluoroctansulfonamidethanol (FOSE)							
20	N-MeFOSE	N-(2-hydroxyethyl)-N-Methyl-Perfluoroctansulfonamid	24448-09-7	x	x	POP	H
21	N-EtFOSE	N-Ethyl-N-(2-hydroxyethyl)-Perfluoroctansulfonamid	1691-99-2	x	x	POP	H

Nr.	Chemikalien		CAS-Nr.	LC	GC	Rechts- vorschrift (§) ^a	PFAS- Kategorie (Tabelle 1)
Fluortelomeralkohole (FTOH)							
22 ^b	8:2 FTOH	1H,1H,2H,2H-Heptadecafluoro-1-decanol	678-39-7	x		POP	H
Fluorotelomeracrylat (FTA)							
23 ^b	8:2 FTA	3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,10-Heptadecafluorodecylacrylat	27905-45-9		x	POP	H
Sonstige							
24 ^c	PFOSF	Heptadecafluorooctansulfonylfluorid	307-35-7	x		POP	
25 ^b	8:2 FTMA	3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,10-Heptadecafluorodecylmethacrylat	1996-88-9		x	POP	
26		Didecyl-Dimethyl-Ammonium-Perfluorooctansulfonat	251099-16-8	x		POP	A
27	HPFO-DA	2,3,3,3-Tetrafluor-2-(heptafluorpropoxy)propionsäure	13252-13-6	x		REACH (SVHC)	A und C
27.2 ^c	HPFO-DA -X	Salze und ihre Acylhalide der 2,3,3,3-Tetrafluor-2-(heptafluorpropoxy)propionsäure X = F	21062-98-8	x		REACH (SVHC)	A und C
		X = NH ₄	62037-80-3	x			
		X = K	67118-55-2	x			
^a Tabelle 2 spiegelt die Situation der regulierten PFAS am 1.03.2021 wider. Leser sollten darauf achten, die Informationen zu aktualisieren.							
^b Die Ergebnisse von PFOA-verwandten Stoffen sind zusammenzufassen.							
^c Für die Halogenide ist eine Hydrolyse mit Wasser aus dem Methanolextrakt notwendig.							

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Prüfverfahren (unter Anwendung von Gaschromatographie, GC) zum Nachweis und zur quantitativen Bestimmung von ausgewählten extrahierbaren perfluorierten und polyfluorierten Substanzen in textilen Materialien (Fasern, Garne, textile Flächengebilde) und beschichteten textilen Flächengebilden fest.

ANMERKUNG CEN/TR 16741 legt fest, welche Materialien für diese Bestimmung geeignet sind.

Ein Prüfverfahren (unter Anwendung von Flüssigkeitschromatographie, LC) zum Nachweis und zur quantitativen Bestimmung von ausgewählten extrahierbaren perfluorierten und polyfluorierten Substanzen ist in prEN 17681-1 festgelegt.

Die Klassen regulierter Verbindungen sind in Tabelle 2 aufgeführt. Klassen anderer, nicht regulierter Verbindungen, die nach diesem Dokument bestimmt werden können, sind in Anhang C, Tabelle C.1, festgelegt. Dieses Dokument ist auch anzuwenden für weitere PFAS Substanzen, vorausgesetzt, dass das Verfahren mit den zusätzlichen Verbindungen validiert wird.

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).

prEN 17681-1, *Textilien und textile Erzeugnisse — Organisches Fluor — Teil 1: Bestimmung des Gehaltes an nichtflüchtigen Verbindungen durch Extraktionsverfahren mittels Flüssigkeitschromatographie*

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

EN ISO 4787, *Laborgeräte aus Glas — Volumenmessgeräte — Prüfverfahren und Anwendung (ISO 4787)*

EN ISO 5089, *Textilien — Vorbereitung von Laborproben und Messproben zur chemischen Prüfung (ISO 5089)*

3 Begriffe

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

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/>

4 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die in Tabelle 2 und Tabelle C.1, aufgeführten ausgewählten Verbindungen werden in einem Ultraschallbad mit Methanol extrahiert und der Extrakt wird mittels Gaschromatographie mit einem massenspektrometrischen Detektor (GC-MS/MS, GC-MS/PCI oder GC-MS/EI) analysiert.

5 Reagenzien

Sofern nicht anders festgelegt, müssen alle Reagenzien von anerkannter analytischer Qualität sein.

5.1 Methanol, LC-MS-Qualität, CAS-Nummer 67-56-1.

5.2 Interne Standards

5.2.1 Dimethylperfluor-1,10-decandicarboxylat (PFDodiAOMe), interner Standard (Fluortelomer), CAS-Nummer 84750-88-9.

5.2.2 1H,1H,2H,2H-Perfluor(9-methyldecan)-1-ol, CAS-Nummer 31200-98-2.

5.3 Ausgewählte PFAS, aufgeführt in Tabelle 2 und Tabelle C.1

Die Zielverbindungen sind im Handel als zertifizierte Lösungen erhältlich, oder es darf eine Lösung der Zielverbindungen hergestellt werden.

6 Prüfeinrichtung

Die üblichen Laborgeräte und Laborgeräte aus Glas nach EN ISO 4787 müssen verwendet werden und außerdem folgende Geräte:

6.1 Behälter für die Messproben, müssen vor dem Gebrauch gründlich mit Wasser (5.3) und Methanol (5.1) gespült werden. Die Behälter müssen vor dem Gebrauch auf eine mögliche Hintergrundverunreinigung überprüft werden.

6.2 Stanzschablone oder Schneidschablone und Schneidwerkzeug, zum Messen und Schneiden von flächigen Materialien.

6.3 Extraktionsgefäße (Glas, Polypropylen) z. B. 40 ml, frei von störenden Verbindungen.

ANMERKUNG Weiterführende Informationen zu Störungen können Anhang B entnommen werden.

6.4 GC-Fläschchen aus Glas, Polypropylen oder Polyethylen, frei von störenden Verbindungen.

ANMERKUNG Weiterführende Informationen zu Störungen können Anhang B entnommen werden.

6.5 Ultraschallbad, ausgestattet mit einer Heizvorrichtung (die Badtemperatur ist auf $(60 \pm 5)^\circ\text{C}$ einzustellen).

6.6 Vorrichtung zum Einengen (z. B. hydrophile/lipophile Base, schwaches Anionenaustauscherharz oder Rotationsverdampfer).

6.7 Gaschromatograph, mit einem massenspektrometrischen Detektor mit MS/MS, MS/PCI oder MS/EI.

6.8 Waage, mit einer Auflösung von 1 mg oder besser.

6.9 Analysenwaage, mit einer Auflösung von mindestens 0,1 mg.

6.10 Filter, Cellulosefilter, 0,45 µm Porengröße.

7 Probenahme

7.1 Allgemeines

Die gewählte Probe muss für die Charge, der sie entnommen wurde, repräsentativ sein. Wenn möglich, wird die Probenahme nach EN ISO 5089 durchgeführt. Wenn die Probenahme an Erzeugnissen durchgeführt wird, die getrennte verschiedenartige Bestandteile haben, muss das Erzeugnis zerlegt werden und jeder Bestandteil muss nach dem anwendbaren Unterabschnitt 7.2 oder 7.3 behandelt werden.

Für die Prüfung nach prEN 17681-1 und diesem Dokument kann das gleiche Vorbereitungsverfahren verwendet werden, um doppelten Aufwand zu vermeiden.

7.2 Probenahme basierend auf der Fläche

Die Vorbereitung der Probenahme basierend auf der Fläche ist in prEN 17681-1:2021, 7.2 beschrieben und kann angewendet werden, wenn die Extraktionslösung (8.4) auch für die LC-Analyse (prEN 17681-1) verwendet wird.

7.3 Probenahme basierend auf der Masse

Ist das Material für den Erhalt flächenbasierter Messproben nicht geeignet (Fasern, Garne), wird eine massenbasierte Messprobe entnommen, dabei wird mindestens 1 g Material verwendet.

7.4 Vorbereitung

7.4.1 Vorbereitung der Messproben

Die Materialien müssen vor der Prüfung bei 4 °C in sauberen Behältern (6.1) gelagert werden.

Die Messprobe muss in Stücke von $\leq 1 \text{ cm}^2$ geschnitten werden. Die Messprobe wird quantitativ in ein geeignetes Extraktionsgefäß überführt, bevor Methanol hinzugefügt wird.

8 Durchführung

8.1 Herstellung von Stammlösungen

Ausgewählte PFAS, wie in Tabelle 2 und Tabelle C.1 aufgeführt, entweder als handelsübliche zertifizierte Mischungen oder als Einzelkomponenten in Methanol, mit einem Gehalt von 100 µg/ml. Wenn die Lösungen vom Anwender dieses Dokuments hergestellt werden, muss eine Analysenwaage (6.9) verwendet werden.

8.2 Herstellung der Lösung des internen Standards

Es wird eine Lösung des internen Standards von PFDodiAOMe (5.2) in Methanol hergestellt, die 100 µg/ml enthält.

8.3 Herstellung von Kalibrierlösungen

Es werden mindestens 5 Kalibrierlösungen von PFAS in Methanol, mit jeweils 1 µg/ml des internen Standards, mit für die Analyse geeigneten Konzentrationen innerhalb eines auf das GC-Gerät bezogenen Bereichs hergestellt.

8.4 Extraktion

10 ml Methanol und 100 µl Lösung des internen Standards werden hinzugefügt und die Messprobe wird in einem Ultraschallbad bei einer Temperatur von $(60 \pm 5) ^\circ\text{C}$ für (120 ± 5) min extrahiert. Wenn die Messprobe nicht vollständig eingetaucht ist, werden schrittweise 5 ml Methanol bis zu 20 ml hinzugefügt. In diesem Fall muss die Konzentration des internen Standards an eine Konzentration von 1 µg/ml angeglichen werden.

Diese Extraktionslösung kann auch für die LC-Analyse (prEN 17681-1) verwendet werden.

Der endgültige Extrakt der Messprobe wird zentrifugiert und der Überstand wird für die GC-Analyse in ein Fläschchen (6.4) dekantiert.

Wenn ein Einengungsschritt notwendig ist, darf unter vorsichtiger Wärmezufuhr ein Stickstoffstrom auf die Oberfläche aufgebracht werden. Das Volumen der Flüssigkeit darf nicht auf weniger als 0,5 ml verringert werden. Zur Verifizierung dieses Schrittes sollte eine Wiederfindung durchgeführt werden.

8.5 Analyse

Beispielbedingungen für die GC-Analyse sind in Anhang D, Tabelle D.1 und Tabelle D.2, aufgeführt.

9 Angabe der Ergebnisse

9.1 Kalibrierung

Die Kalibrierung beruht auf Lösungen, die die interessierenden Verbindungen (8.3) enthalten, und einer Lösung des internen Standards (8.2). Es ist sicherzustellen, dass zwischen Signal und Konzentration eine lineare Abhängigkeit vorliegt. Die Kalibrierkurve für eine Substanz ist nur für den gemessenen Konzentrationsbereich gültig. Außerdem hängt die Kalibrierkurve von dem Zustand des Gerätes ab, der regelmäßig überprüft werden muss. Für eine Routineanalyse ist eine Überprüfung (d. h. kontinuierliche Kalibrierüberprüfung) der Kalibrierkurve mittels einer Fünf-Punkt-Kalibrierung hinreichend. Aus der Kalibrierkurve werden für jede Substanz (i) die Steigung (a_i) und der Achsenabschnitt (b_i) berechnet.

9.2 Berechnung der Ergebnisse

In Bezug auf die Ionen jeder Substanz (i), die für die Bestimmung zu überwachen sind, siehe Anhang A. Die Massenkonzentration (ρ_i) der Substanz (i) wird nach Gleichung (1) berechnet:

$$\rho_i = \frac{(y_{ig} - b_i)}{a_i} \quad (1)$$

Dabei ist

ρ_i die Massenkonzentration von Substanz (i), in µg/ml;

y_{ig} der gemessene Wert von Substanz (i) im Extrakt (z. B. Wert für die Fläche);

a_i die Steigung der Kalibrierkurve von Substanz (i);

b_i der Achsenabschnitt der Kalibrierkurve von Substanz (i).