

**DIN EN 60754-3
(VDE 0482-754-3)**
DIN

Diese Norm ist zugleich eine **VDE-Bestimmung** im Sinne von VDE 0022. Sie ist nach Durchführung des vom VDE-Präsidium beschlossenen Genehmigungsverfahrens unter der oben angeführten Nummer in das VDE-Vorschriftenwerk aufgenommen und in der „etz Elektrotechnik + Automation“ bekannt gegeben worden.

VDE

ICS 13.220.40; 29.060.20

Einsprüche bis 2017-09-14

Entwurf

**Prüfung der bei der Verbrennung der Werkstoffe von Kabeln und isolierten Leitungen entstehenden Gase –
Teil 3: Messung eines niedrigen Halogengehalts durch
Ionenchromatographie**

Test on gases evolved during combustion of materials from cables –
Part 3: Measurement of low level of halogen content by ion chromatography

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2017-07-14 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 des DIN unter www.entwuerfe.din.de 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 dke@vde.com möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an die DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik in DIN und VDE, Stresemannallee 15, 60596 Frankfurt am Main.

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 40 Seiten

DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik in DIN und VDE

Anwendungsbeginn

Anwendungsbeginn dieser Norm ist

Nationales Vorwort

Um der deutschen Öffentlichkeit frühzeitig eine Einspruchsmöglichkeit zu geben, wird mit diesem Deutschen Norm-Entwurf bereits ein Vorab-Dokument des demnächst erscheinenden CDV „Test on gases evolved during combustion of materials from cables –Part 3: Measurement of low level of halogen content by ion chromatography“ (CDV, en: Committee Draft for Vote) unverändert in diesen Norm-Entwurf übernommen. Dieser Norm-Entwurf enthält eine noch nicht autorisierte deutsche Übersetzung.

Die Internationale Elektrotechnische Kommission (IEC) und das Europäische Komitee für Elektrotechnische Normung (CENELEC) haben vereinbart, dass ein auf IEC-Ebene erarbeiteter Entwurf für eine Internationale Norm zeitgleich (parallel) bei IEC und CENELEC zur Umfrage (CDV-Stadium) und Abstimmung als FDIS (en: Final Draft International Standard) bzw. Schluss-Entwurf für eine Europäische Norm gestellt wird, um eine Beschleunigung und Straffung der Normungsarbeit zu erreichen.

Da die Deutsche Fassung noch nicht endgültig mit dem Englischen Fassung abgeglichen ist, ist die englische Originalfassung des IEC-Dokumentes entsprechend der diesbezüglich durch die IEC erteilten Erlaubnis beigefügt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen IEC-Text.

Das internationale Dokument wurde vom TC 20 „Electric cables“ der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) erarbeitet.

Bei der Abstimmung zu dem Europäischen Schluss-Entwurf bei CENELEC und dem Internationalen Schluss-Entwurf bei IEC [Final Draft International Standard (FDIS)] sind jeweils nur „JA/NEIN“-Entscheidungen möglich, wobei „NEIN“-Entscheidungen fundiert begründet werden müssen. Dokumente, die bei CENELEC als Europäische Norm angenommen und ratifiziert werden, sind unverändert als Deutsche Normen zu übernehmen.

Für dieses Dokument ist das nationale Arbeitsgremium UK 411.2 „Isolierte Starkstromleitungen“ der DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik im DIN und VDE (www.dke.de) zuständig.

Für den Fall einer undatierten Verweisung im normativen Text (Verweisung auf ein Dokument ohne Angabe des Ausgabedatums und ohne Hinweis auf eine Abschnittsnummer, eine Tabelle, ein Bild usw.) bezieht sich die Verweisung auf die jeweils aktuellste Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments.

Für den Fall einer datierten Verweisung im normativen Text bezieht sich die Verweisung immer auf die in Bezug genommene Ausgabe des Dokuments.

Der Zusammenhang der zitierten Dokumente mit den entsprechenden Deutschen Dokumenten ergibt sich, soweit ein Zusammenhang besteht, grundsätzlich über die Nummer der entsprechenden IEC-Publikation. Beispiel: IEC 60068 ist als EN 60068 als Europäische Norm durch CENELEC übernommen und als DIN EN 60068 ins Deutsche Normenwerk aufgenommen.

Prüfung der bei der Verbrennung der Werkstoffe von Kabeln und isolierten Leitungen entstehenden Gase – Teil 3: Messung eines niedrigen Halogengehalts durch Ionenchromatographie

Inhalt	Seite
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Prinzip des Prüfverfahrens	7
5 Prüfaufbau	7
5.1 Allgemeines	7
5.2 Rohrofen	7
5.3 Quarzglasrohr	7
5.4 Verbrennungsschiffchen	8
5.5 Vorrichtungen zum Durchperlen der Gase	8
5.6 Luftzufuhrsystem	8
5.7 Analysenwaage	9
5.8 Laborglaswaren	9
5.9 Ionenchromatographisches System	10
6 Prüfkörper	10
6.1 Allgemeines	10
6.2 Konditionierung des Prüfkörpers	10
6.3 Masse des Prüfkörpers	10
7 Prüfverfahren	10
7.1 Allgemeines	10
7.2 Prüfaufbau und -anordnung	11
7.3 Erhitzungsverfahren	11
7.4 Spülverfahren	11
7.5 Messung der Halogene	11
7.6 Blindprüfung	11
8 Bewertung der Prüfergebnisse	12
9 Leistungsanforderungen	12
10 Prüfbericht	12
Anhang A (informativ) Empfohlene Verwendung und Leistungsanforderungen	19
A.1 Empfohlene Verwendung	19
A.1.1 Allgemeines	19
A.1.2 Empfohlene Verwendung von IEC 60754-1, IEC 60754-2 und IEC 60754-3	19
A.2 Empfohlene Leistungsanforderungen zur Bewertung von Werkstoffen, die als „halogenfrei“ bezeichnet werden	20

Bilder

Bild 1 – Gerät zum Einführen von Verbrennungsschiffchen und Prüfkörper	13
Bild 2 – Beispiel einer Gaswaschflasche	14
Bild 3 – Prüfaufbau: Verfahren 1 – Verwendung von synthetischer Luft oder Druckluft aus einer Flasche	15
Bild 4 – Prüfaufbau: Verfahren 2 – Verwendung der Druckluftanlage eines Labors	16
Bild 5 – Prüfaufbau: Verfahren 3 – Verwendung von Umgebungsluft, die mit einer Saugpumpe angesaugt wird	17
Bild 6 – Beispiel eines ionenchromatographischen Systems	18

Tabellen

Tabelle A.1 – Anwendungsbereich und empfohlene Verwendung von IEC 60754-1, IEC 60754-2 und IEC 60754-3	20
Tabelle A.2 – Empfohlene Leistungsanforderungen zur Bewertung von Werkstoffen, die als „halogenfrei“ bezeichnet werden	20

Einleitung

IEC 60754 setzt sich aus den folgenden Teilen zusammen und trägt den allgemeinen Titel: Prüfung der bei der Verbrennung der Werkstoffe von Kabeln und isolierten Leitungen entstehenden Gase

- Teil 1: Bestimmung des Gehaltes an Halogenwasserstoffsäure
- Teil 2: Bestimmung der Azidität (durch Messung des pH-Wertes) und Leitfähigkeit
- Teil 3: Messung eines niedrigen Halogengehalts durch Ionenchromatographie

ANMERKUNG Einen Leitfaden zur Korrosionsschädigung durch Rauch und/oder Brandgase bietet [IEC 60695-5-1](#).

[IEC 60754-1](#) wurde entwickelt aufgrund von Bedenken von Kabelnutzern in Bezug auf die Menge von Säuregasen, die entstehen, wenn einige der für die Isolation oder Ummantelung verwendeten Werkstoffe oder andere Werkstoffe verbrannt werden, da diese Säure beträchtliche Schäden an nicht am Feuer selbst beteiligten Elektro- und Elektronikgeräten verursachen kann.

[IEC 60754-2](#) bietet ein Verfahren zur Bestimmung der Azidität (durch Messung des pH-Wertes) und Leitfähigkeit einer wässrigen Lösung von Gasen, die während des Verbrennens von Werkstoffen entstehen, um so Grenzwerte für Kabelspezifikationen festlegen zu können. [IEC 60754-2](#) wurde ursprünglich entwickelt aufgrund von Bedenken von Kabelnutzern in Bezug auf die Menge von Säuregasen, die entstehen, wenn einige für die Isolation oder Ummantelung verwendete Werkstoffe oder andere Werkstoffe verbrannt werden, da diese korrosiven Brandgase beträchtliche Schäden an nicht am Feuer selbst beteiligten Elektro- und Elektronikgeräten verursachen können.

Diese Norm bietet ein Verfahren zur Messung eines niedrigen Halogengehalts in den Gasen, die bei der Verbrennung von Kabeln entstehen, mit einer hohen Genauigkeit im unteren Konzentrationsbereich.

Das ionenchromatographische System bietet grundsätzlich eine hohe Genauigkeit. Die Gesamtgenauigkeit dieses Prüfverfahrens ist jedoch durch andere Faktoren begrenzt (weitere Informationen siehe [Anhang A](#)).

Dieser Teil von IEC 60754 ist mit [IEC 60754-2](#) verbunden und greift auf das gleiche Prüfverfahren für die Gewinnung der Absorptionslösung zurück.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von IEC 60754 legt Aufbau und Verfahren für die Messung der Menge von Halogenen fest, die während des Verbrennens von Werkstoffen, entnommen aus elektrischen Leitungs- oder Lichtwellenleiterkabel-Konstruktionen, entstehen.

Das in dieser Norm festgelegte Verfahren dient der Messung des Gehalts an Chlor (Cl), Brom (Br), Fluor (F) und Iod (I) mittels der analytischen Methode der Ionenchromatographie für die Analyse einer wässrigen Lösung von bei der Verbrennung entstehenden Gasen.

Das Verfahren zur Erhitzung (Verbrennung) in diesem Teil von IEC 60754 ist das gleiche wie in IEC 60754-2.

Das Verfahren ist für Werkstoffe mit einem individuellen Halogengehalt von höchstens 10 mg/g bestimmt.

Das in dieser Norm festgelegte Verfahren ist für die Prüfung einzelner in Kabelkonstruktionen verwendeter Komponenten bestimmt. Die Anwendung dieses Verfahrens ermöglicht die Verifizierung von Anforderungen, die in der entsprechenden Kabelspezifikation für einzelne Komponenten einer Kabelkonstruktion angegeben sind.

ANMERKUNG 1 Welche Komponenten des Kabels geprüft werden, ist in der relevanten Kabelnorm festgelegt.

ANMERKUNG 2 Dieses Prüfverfahren dient manchmal der Prüfung von Werkstoffen, die bei der Kabelherstellung verwendet werden.

ANMERKUNG 3 Für die Anwendung dieser Norm umfasst der Begriff „Kabel“ alle isolierten Kabel und Leitungen mit metallischem Leiter, die zur Übertragung von Strom oder Signalen verwendet werden.

Aus Gründen der Genauigkeit wird dieses Verfahren nicht für die Bestimmung eines Halogengehalts von weniger als 0,1 mg/g in der entnommenen Probe empfohlen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 1042, *Laboratory glassware – One-mark volumetric flasks*
(available only in French)

ISO 3696, *Water for analytical laboratory use – Specification and test methods*
(available only in French)

ISO 10304-1, *Water quality – Determination of dissolved anions by liquid chromatography of ions – Part 1: Determination of bromide, chloride, fluoride, nitrate, nitrite, phosphate and sulfate*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe:

3.1

Halogen

(en: halogen)

Element der 17. Gruppe des Periodensystems, insbesondere Fluor, Chlor, Brom, Iod.

3.2

individueller Halogengehalt

(en: individual halogen content)

Menge eines Halogens in einem Prüfkörper, die aus den Brandgasen des Prüfkörpers in wasserlösliche Halogenidionen überführt werden kann

Anmerkung 1 zum Begriff Halogenidionen sind Fluorid, Chlorid, Bromid oder Iodid.

Anmerkung 2 zum Begriff Das Halogen im Prüfkörper kann in Form von organischen oder anorganischen Verbindungen vorliegen.

Anmerkung 3 zum Begriff Der individuelle Halogengehalt wird in Milligramm des Halogens pro Gramm des Prüfkörpers angegeben.

Anmerkung 4 zum Begriff Halogenidionen in etwaigen festen Verbrennungsrückständen im Verbrennungsschiffchen werden nicht mit diesem Prüfverfahren gemessen.

4 Prinzip des Prüfverfahrens

Der zu prüfende Werkstoff muss in einem trockenen Luftstrom erhitzt werden. Die entstehenden Gase müssen eingeschlossen werden, indem sie durch Gaswaschflaschen, die mit destilliertem oder demineralisiertem Wasser gefüllt sind, durchperlen.

Jeder individuelle Halogengehalt in der entstehenden Lösung muss anschließend mittels Ionenchromatographie (en: ion chromatography; IC) bestimmt werden.

ANMERKUNG Die ionenchromatographische Analyse kann offline durchgeführt werden und muss nicht inline erfolgen.

5 Prüfaufbau

5.1 Allgemeines

Der Prüfaufbau wird in [Bild 1](#) bis [Bild 5](#) dargestellt.

Die einzelnen Komponenten des Prüfaufbaus müssen leakagefrei miteinander verbunden sein. Der Abstand zwischen dem Quarzglasrohr und der ersten Flasche sowie den folgenden Flaschen muss so gering wie möglich sein. Für diese Verbindungen müssen Rohre aus Quarzglas oder Polypropylen verwendet werden, außer es ist sichergestellt, dass die Probe kein Fluor enthält: in diesem Fall darf Glas oder Silikonkautschuk verwendet werden.

ANMERKUNG 1 Es ist zulässig, an der Ausgangsseite des Quarzglasrohrs so nah wie möglich am Ausgang einen Stopfen aus Quarzwolle anzubringen, der das Auffangen von Kondensaten erleichtert.

ANMERKUNG 2 Eine dritte leere Flasche der gleichen Größe wie die Gaswaschflaschen darf vor den Gaswaschflaschen eingefügt werden, um die Sicherheit zu verbessern, d. h., um den Rückzug von Wasser in das Quarzglasrohr zu vermeiden.

5.2 Rohrofen

Die Länge des Heizbereichs des Ofens muss 480 mm bis 620 mm und sein Innendurchmesser 38 mm bis 62 mm betragen. Er muss mit einem regelbaren elektrischen Heizsystem ausgerüstet sein.

5.3 Quarzglasrohr

Für die Prüfung muss ein Quarzglasrohr in den Rohrofen eingeführt werden. Das Rohr muss etwa konzentrisch im Ofen positioniert werden. Es muss widerstandsfähig gegenüber korrosiven Gasen sein.

Der Innendurchmesser des Rohrs muss zwischen 30 mm und 46 mm groß sein. Das Rohr muss an der Eingangsseite des Ofens um 60 mm bis 200 mm und an der Ausgangsseite um 60 mm bis 100 mm herausragen. Der anfängliche Abstand muss die thermische Ausdehnung ermöglichen. Für die Messung des Überstands muss das Rohr als Teil mit im Wesentlichen konstantem Durchmesser betrachtet werden.

ANMERKUNG Der Außendurchmesser des Rohrs sollte unter Berücksichtigung des Innendurchmessers des Rohrofens gewählt werden.

Vor jeder Prüfung muss die gesamte Länge des Rohrs durch Kalzinierung bei etwa 950 °C gereinigt werden.

5.4 Verbrennungsschiffchen

Das Verbrennungsschiffchen muss aus Porzellan, Quarzglas oder Speckstein bestehen. Wenn das Verfahren zur Bestimmung von Fluor eingesetzt wird, muss das Verbrennungsschiffchen aus Quarzglas bestehen. Das Verbrennungsschiffchen muss die folgenden Maße haben:

- äußere Länge: zwischen 45 mm und 100 mm;
- äußere Breite: zwischen 12 mm und 30 mm;
- innere Tiefe: zwischen 5 mm und 10 mm.

ANMERKUNG Die Maße des Schiffchens sollten unter Berücksichtigung des Innendurchmessers des Quarzglasrohrs gewählt werden.

Das bevorzugte Verfahren zum Einführen des Verbrennungsschiffchens in das Quarzglasrohr ist in [Bild 1](#) dargestellt.

Vor jeder Prüfung muss das Verbrennungsschiffchen ausgewaschen und in einem Muffelofen 4 Stunden lang bei etwa 950 °C kalzinieren. Anschließend muss es in einen Exsikkator eingeführt und auf Umgebungstemperatur heruntergekühlt werden. Das Verbrennungsschiffchen muss dann mit einer Präzision von $\leq 0,1$ mg gewogen werden, bis zweimal hintereinander der gleiche Wert gemessen wird. Dieses Gewicht m_1 muss protokolliert werden.

5.5 Vorrichtungen zum Durchperlen der Gase

Am Ausgang des Quarzglasrohrs müssen die entstehenden Gase durch Durchperlen durch zwei Gaswaschflaschen eingeschlossen werden (siehe [Bild 2](#)). Jede Flasche muss etwa 450 ml destilliertes oder demineralisiertes Wasser mit einem Reinheitsgrad von mindestens 3 nach ISO 3696 enthalten.

Die Gaswaschflaschen müssen aus Quarzglas bestehen, außer es ist sichergestellt, dass die Probe kein Fluor enthält: In diesem Fall dürfen Gaswaschflaschen aus Glas verwendet werden.

Der pH-Wert des Wassers muss zwischen 5,5 und 7,5 und die Leitfähigkeit weniger als 0,5 $\mu\text{S}/\text{mm}$ betragen.

Ein Magnetrührer muss in die erste Gaswaschflasche eingebracht werden, um eine ausreichende Wirbelbewegungen und eine effiziente Absorption der Verbrennungsgase sicherzustellen. Die Rohre in den Gaswaschflaschen müssen an der Spitze einen Innendurchmesser von höchstens 5 mm aufweisen, um die Absorption zu begünstigen.

Die Höhe des Flüssigkeitspegels über dem Rand des Rohrs muss in jeder Flasche (110 ± 10) mm betragen.

ANMERKUNG Diese Anforderung wird bei Verwendung einer Standard-Laborglasflasche mit einem Innendurchmesser von etwa 75 mm erfüllt.

5.6 Luftzufuhrsystem

Das für die Verbrennung verwendete Gas muss Luft sein.

Die Luftdurchflussrate ρ muss $20 \text{ m/h} \times (\pi/4) \times D^2$ mit einer Grenzabweichung von $\pm 10 \%$ betragen, wobei D der Innendurchmesser des Quarzglasrohrs ist.

BEISPIELE

Wenn $D = 30 \text{ mm}$, dann gilt $20 \text{ m/h} \times (\pi/4) \times D^2 = 14,1 \text{ l/h}$, und die Durchflussrate kann zwischen 12,7 l/h und 15,5 l/h liegen.

Wenn $D = 46 \text{ mm}$, dann gilt $20 \text{ m/h} \times (\pi/4) \times D^2 = 33,2 \text{ l/h}$, und die Durchflussrate kann zwischen 29,9 l/h und 36,5 l/h liegen.

ANMERKUNG Die Luftdurchflussrate ρ steht in Zusammenhang mit der Geschwindigkeit v , entsprechend der folgenden Formel:

$$\rho = V \times \frac{\pi D^2}{4} \quad [1]$$

Dabei ist

D der Innendurchmesser des Rohrs (mm);

ρ die Luftdurchflussrate (ml/h);

V die Luftgeschwindigkeit (ml/mm²/h).

Wenn $v = 20 \text{ m/h}$, dann gilt $\rho = 15,7 \text{ m/h} \times D^2$

Die Luftzufuhr muss durch ein Nadelventil angepasst und gesteuert werden und die Durchflussrate muss mit einem Durchflussmessgerät für den entsprechenden Messbereich überwacht werden.

Für die Luftzufuhr muss eines der folgenden Verfahren gewählt werden:

Verfahren 1

Bei diesem Verfahren wird synthetische Luft oder Druckluft aus einer Flasche verwendet. Die Luft muss an der Eingangsseite des Quarzglasrohrs eingeleitet werden (siehe [Bild 3](#)).

Verfahren 2

Bei diesem Verfahren wird die Druckluftanlage eines Labors verwendet. Die Luft muss gefiltert und getrocknet werden und an der Eingangsseite des Quarzglasrohrs eingeleitet werden (siehe [Bild 4](#)).

Verfahren 3

Bei diesem Verfahren wird die Umgebungsluft im Labor verwendet. Die Luft muss gefiltert und getrocknet werden. In diesem Fall muss die Mischung aus Luft und Verbrennungsgas von einer Pumpe angesaugt werden (siehe [Bild 5](#)).

5.7 Analysenwaage

Die Waage muss mindestens eine Präzision von $\pm 0,1 \text{ mg}$ aufweisen.

5.8 Laborglaswaren

Die folgenden Laborglaswaren müssen zur Verfügung stehen:

- Messkolben mit einer Ringmarke nach ISO 1042 Klasse B und einer Füllmenge von 1 000 ml.

Die Messkolben müssen aus Quarzglas oder Polypropylen bestehen, außer es ist sichergestellt, dass die Probe kein Fluor enthält: In diesem Fall darf ein Messkolben aus Glas verwendet werden.

5.9 Ionenchromatographisches System

Im Allgemeinen besteht ein ionenchromatographisches System aus den folgenden Komponenten (siehe Bild 6):

- Eluentenvorratsgefäß
- IC-Pumpe
- Probeneinspritzsystem mit Probenschleife mit entsprechendem Volumen (z. B. 0,02 ml) oder Autosampler
- Vorsäule
- Trennsäule
- Entstörgerät
- Leitfähigkeitsdetektor

6 Prüfkörper

6.1 Allgemeines

Zwei Prüfkörper mit jeweils $(1\,000 \pm 5)$ mg des zu prüfenden Werkstoffs müssen vorbereitet werden. Jeder Prüfkörper muss aus einer repräsentativen Werkstoffprobe entnommen werden. Jeder Prüfkörper muss in mehrere kleine Teile geschnitten werden.

ANMERKUNG Für die Teile hat sich ein Höchstmaß von 3 mm bewährt.

6.2 Konditionierung des Prüfkörpers

Die vorbereiteten Prüfkörper müssen mindestens 16 Stunden lang bei einer Temperatur von (23 ± 2) °C und einer relativen Luftfeuchte von (50 ± 5) % gelagert werden.

6.3 Masse des Prüfkörpers

Das Verbrennungsschiffchen (m_1) ist mit einer Präzision von $\leq 0,1$ mg zu wiegen (siehe 5.4). Nach der Konditionierung muss der Prüfkörper in ein Verbrennungsschiffchen gelegt und gleichmäßig am Boden des Schiffchens verteilt werden. Dieses muss mit einer Präzision von $\leq 0,1$ mg gewogen und das Gewicht (m_2) protokolliert werden.

Die Masse m des Prüfkörpers muss wie folgt berechnet werden:

$$m = m_2 - m_1 \quad [2]$$

Dabei ist

m die Masse des Prüfkörpers in Gramm;

m_1 die Masse des Verbrennungsschiffchens in Gramm;

m_2 die Masse des Verbrennungsschiffchens mit dem Prüfkörper in Gramm.

7 Prüfverfahren

7.1 Allgemeines

Das Prüfverfahren und die Messung des individuellen Halogengehalts müssen an jedem Prüfkörper durchgeführt werden.

7.2 Prüfaufbau und -anordnung

Das in diesem Abschnitt definierte Prüfverfahren muss unter Verwendung des in [Abschnitt 5](#) angegebenen Prüfaufbaus durchgeführt werden.

7.3 Erhitzungsverfahren

Die Luftzufuhr muss durch ein Nadelventil an den in [5.6](#) angegebenen Wert angepasst und während der Prüfung konstant gehalten werden.

Die Temperatur muss mit einem Thermoelement gemessen werden, das ausreichend vor Korrosion geschützt ist und in das Quarzglasrohr eingeführt wird. Das Heizsystem muss so eingestellt werden, dass die Temperatur an der für das Schiffchen vorgesehenen Position nicht weniger als 935 °C und nicht mehr als 965 °C beträgt. Etwa 300 mm von der vorgesehenen Position in Richtung des Luftstroms darf die Temperatur nicht weniger als 900 °C betragen.

Das Schiffchen mit dem Prüfkörper muss schnell in den Heizbereich des Rohrs bis zur vorgesehenen, durch die Thermoelement-Messung bestimmten, Position eingeführt werden; dann muss der Zeitgeber gestartet werden. Das Verbrennungsschiffchen muss so platziert werden, dass der Abstand zwischen dem Schiffchen und dem Ausgangsende des effektiven Heizbereichs mindestens 300 mm beträgt. Der effektive Heizbereich ist der Bereich, in dem die Thermoelement-Messung eine Temperatur von nicht weniger als 900 °C ergeben hat.

Das Verbrennungsverfahren muss unter Luftzufuhr (30 ±1) min im Ofen fortgesetzt werden.

WARNUNG Der Bediener sollte die erforderlichen Sicherheitsvorkehrungen treffen, z. B. durch Tragen von Augenschutz und angemessener Schutzkleidung, da bestimmte Werkstoffe schnell entzündlich sind und einen „Rückstoß“ heißer Gase verursachen können. Außerdem sollte darauf geachtet werden, Überdruck im System zu vermeiden und ausströmende Gase zu entlüften. Anleitung zum Vermeiden eines „Rückstoßes“ bietet Anmerkung 2 in [5.1](#).

7.4 Spülverfahren

Nach Durchführung des Erhitzungsverfahrens müssen alle verwendeten Flaschen abgenommen und ihr Inhalt in einen Messkolben mit einer Füllmenge von 1 000 ml entleert werden. Die Flaschen, Verbindungen und, nach dem Abkühlen, das Ende des Quarzglasrohrs einschließlich der Quarzwolle (falls verwendet) müssen mit Wasser mit den in [5.5](#) genannten Eigenschaften in den Messkolben gespült werden, bis die 1 000 ml-Markierung erreicht ist.

7.5 Messung der Halogene

Die erhaltene Absorptionslösung muss mittels Ionenchromatographie analysiert werden.

Die ionenchromatographische Analyse muss nach ISO 10304-1 durchgeführt werden.

- Die IC-Instrumente werden gemäß den Anweisungen des Instrumentenherstellers aufgebaut.
- Die Elution wird durchgeführt und gewartet, bis eine stabile Basislinie erreicht ist.
- Die Kalibrierung wird durchgeführt.
- Die Proben werden gemessen

Für diese Prüfung müssen fünf Kalibrierlösungen mit Anionenkonzentrationen zwischen 0,1 mg/g und 1 mg/g hergestellt werden. Die Prüfungsergebnisse müssen sich in diesem Bereich befinden. Um dies zu erreichen, kann eine Verdünnung der Prüflösung notwendig sein.

Der individuelle Halogengehalt, der in Milligramm pro Gramm eines entnommenen Prüfkörpers angegeben wird, muss für jedes Halogen bestimmt werden.

7.6 Blindprüfung

Eine Blindprüfung muss unter den gleichen Bedingungen wie die der Proben durchgeführt werden.

Wenn der Wert dieser Blindprüfung im Vergleich zur Messgrenze zu hoch ist, wird das analytische Los ausgesondert und jedes Reagenz überprüft.

8 Bewertung der Prüfergebnisse

Der individuelle Halogengehalt in mg/g wird mittels der Gleichung [3] berechnet:

$$X_i = (C_i \cdot V)/m \quad [3]$$

Dabei ist

- X_i der individuelle Halogengehalt („i“ = Cl, Br, I oder F);
- C_i die Konzentration dieses Elements, „i“, in der Absorptionslösung;
- V das Endvolumen der Absorptionslösung;
- m die Masse des Prüfkörpers.

BEISPIEL Wenn die Chloridionen-Konzentration in der Absorptionslösung, C_{Cl} , 1 mg/l, das Endvolumen der Absorptionslösung 1000 ml und die Masse des Prüfkörpers 1000 mg beträgt, dann gilt $X_{Cl} (1 \text{ mg/l} \times 1000 \text{ ml} / 1000 \text{ mg}) = (1 \text{ mg/l} \times 1 \text{ l} / 1 \text{ g}) = 1 \text{ mg/g}$.

Der individuelle Halogengehalt des Werkstoffs muss als Mittelwert der Bestimmung der beiden Prüfkörper herangezogen werden.

9 Leistungsanforderungen

Diese Norm enthält keine Leistungsanforderungen.

ANMERKUNG Wenn die relevante Kabelnorm keine Leistungsanforderungen enthält, wird empfohlen, den Leitfaden in [Anhang A](#) zu befolgen.

10 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss die folgenden Informationen enthalten:

- a) eine vollständige Beschreibung des geprüften Werkstoffs und des Kabels, aus dem er entnommen wurde;
- b) die Nummer dieser Norm;
- c) den individuellen Halogengehalt für Fluor, Chlor, Brom und Iod;
- d) eine Beschreibung der Ionenchromatographie-Instrumente.