

DIN EN ISO 19918



ICS 13.340.10; 13.340.40

Einsprüche bis 2016-10-26

Entwurf

**Schutzkleidung –
Schutz gegen Chemikalien –
Messung der kumulativen Permeation von Chemikalien mit niedrigem
Dampfdruck durch Schutzkleidungs- und Handschuhmaterialien
(ISO/DIS 19918:2016);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 19918:2016**

Protective clothing –
Protection against chemicals –
Measurement of cumulative permeation of chemicals with low vapour pressure through
materials (ISO/DIS 19918:2016);
German and English version prEN ISO 19918:2016

Vêtements de protection –
Protection contre les produits chimiques –
Mesurage de la perméation cumulative des produits chimiques avec une pression de vapeur
faible à travers les matériaux (ISO/DIS 19918:2016);
Version allemande et anglaise prEN ISO 19918:2016

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2016-08-26 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.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 nps@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 Persönliche Schutzausrüstung (NPS), 10772 Berlin, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

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

Gesamtumfang 45 Seiten

DIN-Normenausschuss Persönliche Schutzausrüstung (NPS)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 19918:2016) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 94 „Personal safety – Protective clothing and equipment“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 162 „Schutzbekleidung einschließlich Hand- und Armschutz und Rettungswesten“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der NA 075-05-13 AA „Testverfahren für Permeation von Chemikalien durch Materialien für Schuhe, Handschuhe und Kleidung“ im DIN-Normenausschuss Persönliche Schutzausrüstung (NPS).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der prEN ISO 19918 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in Abschnitt 2 zitierte Internationale Norm wird im Folgenden auf die entsprechende Deutsche Norm hingewiesen:

ISO 2859-1 siehe DIN ISO 2859-1

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 2859-1, *Annahmestichprobenprüfung anhand der Anzahl fehlerhafter Einheiten oder Fehler (Attributprüfung) — Teil 1: Nach der annehmbaren Qualitätsgrenzlage (AQL) geordnete Stichprobenpläne für die Prüfung einer Serie von Losen — (ISO 2859-1:1999+Cor.1:2001+Amd.1:2011)*

Schutzkleidung — Schutz gegen Chemikalien — Messung der kumulativen Permeation von Chemikalien mit niedrigem Dampfdruck durch Schutzkleidungs- und Handschuhmaterialien (ISO/DIS 19918:2016)

Vêtements de protection — Protection contre les produits chimiques — Mesurage de la perméation cumulative des produits chimiques avec une pression de vapeur faible à travers les matériaux (ISO/DIS 19918:2016)

Protective clothing — Protection against chemicals — Measurement of cumulative permeation of chemicals with low vapour pressure through protective clothing and glove materials (ISO/DIS 19918:2016)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm

Dokument-Untertyp:

Dokumentstufe: parallele Umfrage

Dokumentsprache: D

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	8
5 Prüfeinrichtung und Zubehör	8
6 Prüfparameter	10
6.1 Analysenverfahren	10
6.2 Bestimmung der Extraktionseffizienz	10
6.3 Proben	11
7 Vorbehandlung von Prüfchemikalie und Proben	11
8 Verfahren	11
8.1 Kontamination	11
8.2 Extraktion und Analyse	12
9 Angabe der Ergebnisse	13
9.1 Berechnung	13
10 Prüfbericht	13
11 Genauigkeit und systematische Abweichungen	14
Anhang A (normativ) Schematische Darstellung der Permeationszelle	15
Anhang B (informativ) Zeichnung und Maße der Permeationszelle, Unterlegscheibe und Schrauben	16
Anhang C (informativ) Bezugsquellen für Permeationsprüfzellen und Teile von Permeationszellen	18
Anhang D (informativ) Auswahl von Dichtung und Druck	19
Anhang E (informativ) Daten aus den Ringversuchen	20
Anhang ZA (informativ) Zusammenhang zwischen dieser Europäischen Norm und den grundlegenden Anforderungen der abzudeckenden EU-Richtlinie 89/686/EWG	21
Literaturhinweise	22

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 19918:2016) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 94 „Personal safety - Protective clothing and equipment“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 162 „Schutzbekleidung einschließlich Hand- und Armschutz und Rettungswesten“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wurde unter einem Normungsauftrag erarbeitet, den die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone dem CEN erteilt haben, und unterstützt grundlegende Anforderungen der EU-Richtlinien.

Zum Zusammenhang mit EU-Richtlinien siehe informativen Anhang ZA, der Bestandteil dieses Dokuments ist.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 19918:2016 wurde vom CEN als prEN ISO 19918:2016 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der empfangenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 94, *Personal safety – Protective clothing and equipment*, Unterausschuss SC 13, *Protective clothing*, in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 162, *Schutzkleidung einschließlich Hand- und Armschutz und Rettungswesten*.

Einleitung

Bei der Beurteilung des Verhaltens von persönlicher Schutzausrüstung (PSA) gegenüber chemischen Risiken ist es von entscheidender Bedeutung, die Widerstandsfähigkeit von PSA-Materialien gegenüber dem Eindringen von Chemikalien zu bestimmen. Der Begriff „Eindringen“ wird hier gezielt verwendet, ohne zwischen Penetration und Permeation zu unterscheiden. Unter Penetration versteht man das Eindringen durch Löcher im Gewebe, wie zum Beispiel Poren, Stichlöcher und Lücken in einer Schutzbeschichtung. Penetration ist normalerweise ein recht schneller Prozess, der innerhalb von Minuten zum Eindringen der Chemikalie führt, wohingegen die Permeation normalerweise ein langsamerer Prozess der molekularen Diffusion durch ein Polymer oder Elastomer ist. Für den Träger der PSA (Handschuhe, Schuhwerk, Schutzkleidung) ist jedoch der Mechanismus des Eindringens weit weniger relevant als die Tatsache, dass eine Chemikalienmenge letztlich das Gewebe der persönlichen Schutzausrüstung durchdringen kann.

Normen zur Messung der Permeation sind so gestaltet, dass die Leistungsfähigkeit der Polymer oder Elastomer enthaltenen Materialien gemessen wird, da die Bewegung in diesen Stoffen auf molekularer Ebene stattfindet. Obwohl die Bewegung der Chemikalien auf molekularer Ebene gemessen werden soll, kann es jedoch bei Materialien mit kleinen Poren, Nadellöchern und Beschichtungslücken schwierig sein, zwischen Penetration und Permeation zu unterscheiden. Eine Reihe von Normen, einschließlich der ISO 6529, EN 16523-1, und AS/TM 739, messen die Permeation von Chemikalien, die flüchtig und/oder in Wasser oder einer anderen Flüssigkeit oder in gasförmigen Sammelmedien löslich sind. Diese Normen sind jedoch nicht zur quantitativen Erfassung des Eindringens von nicht flüchtigen und/oder nicht in Wasser löslichen flüssigen Chemikalien und Gemischen geeignet. Das vorliegende Verfahren ergänzt die oben genannten Normen, da es zur Messung der Permeation aktiver Inhaltsstoffe (in Pestizid-Rezepturen) mit geringem Dampfdruck und oft mit geringer Löslichkeit, jedoch nicht zur Messung der Permeation flüchtiger Chemikalien geeignet ist.

Dieses Prüfverfahren soll zur Beurteilung der Wirksamkeit von Sperrschichten der in persönlicher Schutzausrüstung verwendeten Materialien gegenüber der Permeation fester und flüssiger Chemikalien mit geringem Dampfdruck und/oder geringer Löslichkeit in häufig verwendeten flüssigen und gasförmigen Sammelmedien verwendet werden. Dieses Prüfverfahren ist nicht geeignet zur Messung flüchtiger Chemikalien, welche verdampfen können, bevor die chemische Analyse abgeschlossen ist.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm beschreibt Prüfverfahren im Labor zur Bestimmung des Widerstands von in persönlicher Schutzausrüstung (PSA) verwendeten Materialien, Verschlüssen und Nähten gegen Permeation fester oder flüssiger Chemikalien mit geringem Dampfdruck (weniger als 1 mm Hg bei 25 °C) und/oder nicht in Wasser oder anderen nicht mit dem PSA-Material reagierenden Flüssigkeiten löslicher Stoffe. Diese Chemikalien, die häufig in Pestizid-Rezepturen und anderen Gemischen vorkommen, können nicht mittels anderer Normen zur Messung der Permeation gemessen werden. Dieses Prüfverfahren ist geeignet für auf Anwendungsstärke verdünnte und für konzentrierte Pestizid-Rezepturen sowie andere Gemische, bei denen der aktive Inhaltsstoff eine Chemikalie mit geringem Dampfdruck und/oder geringer Löslichkeit in häufig verwendeten flüssigen und gasförmigen Sammelmedien ist.

Dieses Prüfverfahren soll nicht an Stelle von Normen, wie der ISO 6529, EN 16523-1, und AS/TM 739, welche flüssige und gasförmige Sammelmedien verwenden, angewendet werden. Dieses Prüfverfahren ist nicht geeignet zur Messung flüchtiger Chemikalien, welche verdampfen können, bevor die chemische Analyse abgeschlossen ist.

Der Kontaminationsgrad hängt von mehreren Faktoren ab, zum Beispiel der Expositionsart, Anwendungstechnik und Pestizid-Rezeptur. Da das Expositions-niveau erheblich variieren kann, ist dieses Verfahren so aufgebaut, dass die relative Leistungsfähigkeit der PSA-Materialien bei unterschiedlicher Dauer eingestuft wird.

Dieses Verfahren dient der Messung der kumulativen Permeation. Die Durchbruchzeit kann durch dieses Verfahren nicht gemessen werden. Dieses Prüfverfahren misst nicht den Widerstand gegen Penetration oder Degradation.

Die Norm für das Prüfverfahren kann zur Bewertung sowohl von neuen als auch von zum Beispiel durch Waschen oder simulierten Abrieb behandelten PSA-Materialien genutzt werden. Genaue Informationen zur Behandlung müssen in den Bericht aufgenommen werden.

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 2859-1, *Sampling procedures for inspection by attributes — Part 1: Sampling schemes indexed by acceptance quality limit (AQL) for lot-by-lot inspection*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1 Analysenverfahren

Verfahren, bei dem die Menge einer permeierten Chemikalie in einem Sammelmedium quantitativ bestimmt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Diese Verfahren sind häufig spezifisch für Kombinationen einzelner Chemikalien und Sammelmedien.

3.2

Durchbruchszeit

unmittelbar vor der Probenentnahmezeit liegende Zeit vom Beginn der Prüfung bis zu der Probenentnahmezeit, bei welcher die Prüfchemikalie erstmalig entdeckt wird

3.3

kumulative Permeationsmasse

Gesamtmenge einer Chemikalie, die während einer festgelegten Zeit ab dem ersten Kontakt einer Materialprobe mit der Prüfchemikalie permeiert

3.4

Degradation

eine negative Veränderung einer oder mehrerer Eigenschaften aufgrund des Kontakts mit einer Chemikalie oder Wärme

3.5

Nachweisgrenze

Menge, von der an ein Stoff als messbar gilt

Anmerkung 1 zum Begriff: Es ist der Wert, an dem die Messunsicherheit 50 % des bestimmten Wertes beträgt.

3.6

Penetration

Prozess des Durchgangs einer Chemikalie und/oder eines Mikroorganismus durch poröse Materialien, Nähte, Nadellöcher oder andere Fehlerstellen eines Materials auf nicht-molekularer Ebene

Anmerkung 1 zum Begriff: In dieser Norm bezieht sich Penetration lediglich auf Chemikalien, nicht auf Mikroorganismen.

Anmerkung 2 zum Begriff: In dieser Norm schließt der Begriff „Materialien“ Materialien für Schutzkleidung, Schuhwerk und Handschuhstoffe ein.

3.7

Permeation

Prozess des Durchgangs einer Chemikalie durch ein Material auf molekularer Ebene

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Permeation umfasst (1) die Adsorption von Molekülen der Chemikalie auf die Kontaktfläche (Außenoberfläche) eines Materials, (2) die Diffusion der adsorbierten Moleküle in und durch das Material und (3) die Desorption der Moleküle von der entgegengesetzten Oberfläche (Innenoberfläche) des Materials.

Anmerkung 2 zum Begriff: In dieser Norm schließt der Begriff „Materialien“ Materialien für Schutzkleidung, Schuhwerk und Handschuhstoffe ein.

3.8

festes Sammelmedium

Feststoff auf der „sauberen“ Seite der Probe, in der alle permeierten Chemikalien gesammelt werden

3.9

Prüfchemikalie

Chemikalie oder Gemisch von Rohstoffen, unter anderem aktive Wirkstoffe, inaktive Wirkstoffe und ein basisches Lösemittel, die in Pestizid-Rezepturen verwendet werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Für dieses Prüfverfahren sind die Prüfchemikalien auf flüssige Stoffe (einschließlich Gemische) mit geringem Dampfdruck begrenzt.

3.10

Dampfdruck

vom Dampf über der Flüssigkeit im Equilibrium ausgeübter Druck bei einer gegebenen Temperatur

3.11

nicht lösliche Chemikalie

eine Chemikalie, deren Löslichkeit in Wasser bei 23 °C weniger als 50 mg/l beträgt

3.12

Verschluss

System oder Bestandteil, durch welche eine PSA-Einheit verschlossen werden kann

4 Kurzbeschreibung

Zur Messung der kumulativen Permeation von Pestiziden oder anderen Chemikalien mit geringem Dampfdruck (weniger als 1 mm Hg bei 25 °C) und/oder Nichtlöslichkeit in Wasser und anderen häufig verwendeten Sammelmedien muss eine vorbereitete Feststoffsammelscheibe verwendet werden.

Die Feststoffsammelscheibe wird unter dem Prüfmateri al in der Versuchsanordnung platziert (siehe Anhang A). Die Zelle wird auf eine horizontale Fläche gestellt und mit der Prüfchemikalie befüllt.

Nach der zuvor festgelegten Prüfdauer wird die Zelle geleert und die Feststoffsammelscheibe zur Extraktion und quantitativen Analyse entfernt.

Die Daten werden zur Berechnung der kumulativen Permeation verwendet.

5 Prüfeinrichtung und Zubehör

5.1 Die Permeationszelle besteht aus einer Basis und einem Zylinder, welche mit drei Schrauben verbunden sind, um eine Zelle zu bilden. Die Mitte der Basis und die untere Fläche des Zylinders sind erhöht, um den Kontakt zwischen den beiden Oberflächen zu verbessern. Anhang B enthält eine technische Zeichnung mit den Maßen der Permeationszelle. Die Dichtung, Feststoffsammelscheibe und die Probe werden zwischen Basis und Zylinder platziert. Die normalerweise innen befindliche Oberfläche des Materials ist in Kontakt mit der Feststoffsammelscheibe. Die Außenoberfläche des Materials ist der dem Prüfzylinder gegenüberliegenden Seite zugewandt. Die beiden Teile sind mit drei Schrauben verbunden. Die obere Fläche des Zylinders verfügt über einen Stutzen, so dass die Prüfchemikalie leichter entleert werden kann. Ein zylindrischer, hohler Einsatz passt in die Mitte der Zelle. (Siehe technische Zeichnung im Bild B.4 im Anhang B.) Der Einsatz wird gefüllt, bis das Gewicht $100\text{ g} \pm 1\text{ g}$ beträgt.

Anhang A zeigt die Permeationszelle in schematischer Darstellung.

Anhang B enthält eine Zeichnung und Beschreibung der im Ringversuch verwendeten PTFE-Zelle. Maße (einschließlich Grenzabweichungen) in Bild B.2 bis Bild B.4 beziehen sich auf die Zelle im Anhang B.

ANMERKUNG 1 Anhang C enthält eine Liste von Anbietern der PTFE-Permeationszelle, Dichtungen und Feststoffsammelscheiben.

ANMERKUNG 2 Zellen aus anderen Materialien und in anderer Anordnung wurden nicht geprüft.

Andere Zellen dürfen verwendet werden, sofern sie der in der schematischen Darstellung in Anhang A konstruktiv ähnlich sind und die folgenden Kriterien erfüllen.

- Der Innendurchmesser der Permeationszelle muss $35\text{ mm} \pm 0,3\text{ mm}$ betragen.
- Der Zylinder sollte über eine ausreichende Aufnahmefähigkeit verfügen, um $35\text{ g} \pm 1\text{ g}$ der Prüfchemikalie aufzunehmen.

ANMERKUNG Das Gewicht der Prüfchemikalie hilft dabei, den Kontakt zwischen der Probe und der Feststoffsammelscheibe aufrechtzuerhalten.

- Die Außenoberfläche der Probe ist in Kontakt mit der Prüfchemikalie, und die Feststoffsammelscheibe ist in Kontakt mit der Innenoberfläche der Probe.
- Die Materialien, die zum Bau der Prüfeinrichtung verwendet werden, dürfen die Beschaffenheit oder Zusammensetzung der Prüfchemikalie, der Sammelscheibe oder der durch das Gewebe permeierten Prüfchemikalie nicht verändern.
- Die Maße der Dichtung sind durch die Ausführung der Zelle festzulegen.

5.2 Dichtung mit 90 mm Außendurchmesser (AD) und 35 mm $\pm$ 0,1 mm Innendurchmesser (ID) mit Öffnungen für die Schrauben.

Die Dichtung muss verwendet werden, um Lecks zu verhindern. Es ist dafür zu sorgen, dass die Prüfchemikalie nicht aus der Expositionsseite der Apparatur austreten, um die Probe herum fließen und dann in die Sammelseite eintreten kann. Dies geschieht am wahrscheinlichsten durch Kapillarwirkung, wenn die Außenseite eines Mehrkomponenten-Materials aus Web- oder Vliesstoff besteht. Die Größe der Dichtung kann verändert werden, um Lecks zu kontrollieren. Informationen zur Auswahl und Größe der Dichtungen befinden sich in Anhang D.

5.3 Feststoffsammelscheibe, Benchkote® Plus¹⁾, ein absorbierendes Material, das mit Polyethylenfolie unterlegt ist. Die Scheibe muss einen Durchmesser von 50 mm $\pm$ 1 mm haben und eine vorgestanzte Mitte von 20 mm $\pm$ 0,5 mm aufweisen.

ANMERKUNG Die vorgestanzte Mitte der Scheibe ist so konzipiert, dass diese an zwei Punkten am äußeren Ring befestigt und zur Extraktion einfach entfernt werden kann. Es wird nur die vorgestanzte Mitte extrahiert, um zu verhindern, dass Kontaminationen an den Kanten die Prüfergebnisse beeinträchtigen können.

5.4 Ein Lösemittel muss zur Vorbereitung der Feststoffsammelscheibe und Extraktion der Chemikalie aus der Feststoffsammelscheibe ausgewählt werden. Die Auswahl des Lösemittels hängt von der zu extrahierenden Chemikalie, dem zu prüfenden PSA-Material und dem zur chemischen Analyse verwendeten Analysenverfahren ab.

ANMERKUNG Acetonitril ist zur Vorbereitung der Sammelscheibe geeignet, wenn die Extraktion mit HPLC-geeignetem Acetonitril oder anderen Flüssigkeiten erfolgt, die mit Acetonitril mischbar sind.

5.5 Pipettierer zur Pipettierung von 1,0 ml $\pm$ 0,05 ml Lösemittel zur Vorbereitung der Sammelscheibe.

5.6 Stoppuhr oder elektronischer Zeitmesser.

5.7 Waage, auf 0,001 g genau zum Abwiegen der Sammelscheiben, und auf 0,1 g genau zum Abwiegen der Prüfchemikalie.

5.8 Gewicht von 200 g $\pm$ 2 g mit einer flachen Unterseite und einem Durchmesser von 6 cm zum Aufsetzen auf die Sammelscheibe.

ANMERKUNG Das Gewicht kann aus Aluminium, Messing oder einem anderen Metall bestehen.

1) Benchkote® Plus ist der Handelsname eines von Whatman hergestellten absorbierenden und mit Polyethylen unterlegten Papiers. Benchkote® Plus kann durch Anbieter von Laborprodukten bezogen werden. Diese Angaben werden zur Information der Anwender gemacht und stellen keine Empfehlung für dieses Produkt durch ISO dar. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn gezeigt werden kann, dass sie zu den gleichen Ergebnissen führen.

5.9 Pinzette

5.10 Lochstanzgerät, zum genauen Stanzen von Löchern in Proben

5.11 Drehmomentschlüssel, zum Festziehen von Muttern im Bereich 4 Nm bis 6 Nm

5.12 Orbitalschüttler, für Geschwindigkeit $(1,7 \pm 0,2) \text{ s}^{-1}$

5.13 Flaschen, luftdichte und chemikalienresistente Weithalsflaschen zur Extraktion

ANMERKUNG Luftdichte, chemikalienresistente Flaschen können auch zur Lagerung verwendet werden, wenn die Proben später analysiert werden sollen.

6 Prüfparameter

6.1 Analysenverfahren

6.1.1 Das zur zahlenmäßigen Bestimmung der Masse einer Prüfchemikalie in der Feststoffsammelscheibe verwendete Verfahren muss vor Durchführung der Prüfung festgelegt werden.

6.1.2 Sofern folgende Kriterien eingehalten werden, darf jedes Analysenverfahren angewendet werden:

- Es ist ausreichend empfindlich gegenüber der Prüfchemikalie. Die Nachweisgrenze (LOQ, en: limit of quantification) liegt bei $0,1 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ oder darunter;
- Es ist entweder nicht signifikant empfindlich gegenüber dem Sammelmedium oder eine derartige Empfindlichkeit kann genau festgestellt und abgezogen werden; und
- Es ist nicht signifikant empfindlich gegenüber möglichen geringen Unreinheiten, die entweder im Sammelmedium inhärent vorhanden sind oder durch längeren Kontakt mit der Probe in das Sammelmedium eingebracht wurden.

ANMERKUNG Bei der Prüfung „gepudelter Handschuhe“ beispielsweise sollte das Analysenverfahren nicht empfindlich gegenüber den bei der Herstellung auf die Innenseiten der Handschuhe aufgetragenen Pudern zur Erleichterung des Anziehens sein.

6.1.3 Analysenverfahren wie Gaschromatographie oder Hochleistungsflüssigkeitschromatographie können verwendet werden, um die Masse der Prüfchemikalie zu messen. Dies erfordert eine Extraktion (in den meisten Fällen) sowie eine Analyse des Extrakts.

6.2 Bestimmung der Extraktionseffizienz

6.2.1 Zur Messung der Extraktionseffizienz je $2 \mu\text{g}$ der zu analysierenden Chemikalie auf drei Sammelscheiben auftragen. Zum Auftragen die zur Kalibrierung vorbereitete Lösung verwenden.

6.2.2 Die Sammelscheiben mithilfe des in 6.1 beschriebenen Verfahrens extrahieren.

6.2.3 Die Extrakte mithilfe des in 6.1 gewählten Analysenverfahrens analysieren.

6.2.4 Die Extraktionseffizienz mithilfe der folgenden Formel berechnen:

Extraktionseffizienz (%) = $(\text{extrahierte Menge [in } \mu\text{g}]/\text{aufgetragene Menge [in } \mu\text{g}]) \times 100$.

6.2.5 Eine Extraktionseffizienz von mindestens 95 % ist erforderlich. Das Verfahren wiederholen, um die Extraktionseffizienz mit einem anderen Lösemittel zu bestimmen, falls die Extraktionseffizienz unter 95 % liegt.

6.3 Proben

Diese Norm legt nicht fest, woher die Proben auszuwählen sind. Die Auswahl der Proben ist in den Produkt- oder Leistungsspezifikationsnormen anzugeben.

Die Prüfung für ein PSA-Material wird an 3 Proben ausgeführt, sofern in der Leistungs- oder Produktnorm keine anderslautenden Festlegungen bestehen. Die Prüfung des Verschlusses und der Nähe hängt von der Breite und Dicke der Proben ab. Falls gewünscht, dürfen Stichproben wie in ISO 2859-1 beschrieben genommen werden.

ANMERKUNG Die extrahierte absorbierende Scheibe muss für einige Nähte eventuell abgeändert werden. In ähnlicher Weise muss eventuell der Druck für einige Nähte angepasst werden.

Bei mehrlagigen PSA-Materialien, bei denen die Schichten nicht miteinander verbunden sind, darf die innere Schicht entfernt werden, die keine Auswirkung auf den Schutz vor Chemikalien hat (z. B. Wärmeisolationsschicht).

Jedes PSA-Material und jede Nahtprobe muss auf mindestens 56 mm im Durchmesser zugeschnitten werden, um sicherzustellen, dass die gesamte Zellenoberfläche davon bedeckt ist. Größere Proben, die als Kreise oder Quadrate zugeschnitten sind und den Rand des 90 mm weiten Außendurchmessers der Zelle überschreiten, sind zulässig.

ANMERKUNG Es kann angebracht sein, die Probe über den Rand hinausstehen zu lassen, besonders bei Materialien, deren Oberfläche eine Dochtwirkung fördert.

7 Vorbehandlung von Prüfchemikalie und Proben

Proben sind bei $(23 \pm 3)^\circ\text{C}$ aufzubereiten und zu prüfen. Die Temperatur der Prüfchemikalie muss zum Zeitpunkt der Prüfung ebenfalls bei $(23 \pm 3)^\circ\text{C}$ liegen.

ANMERKUNG 1 In vielen Fällen kann dies erzielt werden, indem die Probe mehrere Stunden bei Prüftemperatur gelagert wird.

ANMERKUNG 2 Eine Luftfeuchtigkeit zur Konditionierung ist für die Proben bewusst nicht festgelegt. Nach Beginn der Prüfung wird die Expositionsseite in ständigem Kontakt mit den flüssigen Prüfchemikalien sein und muss daher nicht bei einer bestimmten Luftfeuchtigkeit konditioniert werden.

ANMERKUNG 3 Werden Konditionierung und Prüfung nicht am gleichen Ort durchgeführt, muss die Prüfung der Proben innerhalb von 10 min nach Entnahme der Proben aus dem Konditionierungsklima beginnen.

8 Verfahren

8.1 Kontamination

8.1.1 Die Prüfchemikalie vor der Prüfung gut schütteln.

ANMERKUNG Empfohlen wird ein Magnetrührer.

8.1.2 Die drei Schrauben mit den Unterlegscheiben durch die Basis der Permeationszelle einschrauben, und diese auf eine ebene Fläche stellen.

8.1.3 Die Sammelscheibe vorbereiten.

8.1.3.1 Die Scheibe wiegen und dann mit der Polyethylenfolie nach unten in eine Petrischale legen.

8.1.3.2 Mithilfe einer Pipette $1\text{ ml} \pm 0,05\text{ ml}$ des Lösemittels auf die absorbierende Seite auftragen, dabei sicherstellen, dass die gesamte Oberfläche bedeckt ist.

ANMERKUNG Die Sammelscheibe wird mit Lösemittel vorbehandelt, um den Kontakt der Scheibe mit der Probe zu verbessern.

8.1.3.3 Die Scheibe mithilfe der Pinzette vorsichtig aufnehmen und so in der Mitte eines 8 cm × 8 cm großen Benchkote® Plus-Papiers ablegen, dass sich die zwei absorbierenden Seiten in Kontakt befinden.

8.1.3.4 Das Gewicht von 200 g ± 2 g für 60 s ± 5 s auf die Sammelscheibe setzen.

8.1.4 Die vorbehandelte Scheibe mithilfe der Pinzette vorsichtig aufnehmen, die Scheibe wiegen, das Gewicht vermerken und die Sammelscheibe sofort mit der Polyethylenseite zur Basis auf die Basis der Permeationszelle legen.

ANMERKUNG Die Prüfzelle sollte nahe der Waage zusammengebaut werden, um die Verdampfung des Lösemittels nach dem Wiegen der Scheibe zu minimieren. Das Wiegen der Sammelscheibe stellt sicher, dass es keine Varianz in der Menge des Lösemittels auf der Sammelscheibe gibt. Der Bereich liegt üblicherweise bei 0,49 g bis 0,55 g des Lösemittels auf der 35 mm großen Sammelscheibe, wenn Acetonitril als Lösemittel verwendet wird.

8.1.5 Die Probe zügig auf die Sammelscheibe aufbringen. Es sollte Sorgfalt ausgeübt werden, damit sichergestellt ist, dass die Innenseite des Materials mit der Feststoffsammelscheibe in Kontakt ist.

8.1.6 Die Dichtung auf die Probe legen und dann ein Gewicht von 100 g ± 1 g in die 35 mm große Öffnung setzen.

ANMERKUNG Das Gewicht verdrängt die Luft zwischen der Sammelscheibe und der Probe.

8.1.7 Den Zylinder mit dem Stutzen nach oben auf die Dichtung setzen. Die Muttern per Hand anziehen und dann mit einem Drehmomentschlüssel festziehen, um sicherzustellen, dass genügend Druck ausgeübt wird, um eine verlässliche flüssigkeitsundurchlässige Abdichtung zu erzielen.

ANMERKUNG Der zum Erzielen einer flüssigkeitsundurchlässigen Abdichtung benötigte Druck hängt von Faktoren wie dem Material und der Dichtung ab. Üblich ist der Bereich von 4 Nm bis 6 Nm. Ein höherer Druck kann die Zelle beschädigen.

8.1.8 (35 ± 1) g der Prüfchemikalie abwiegen und vorsichtig in die Prüfkammer einfüllen.

8.1.9 Auf Lecks prüfen. Tritt Flüssigkeit aus, diese entfernen und noch einmal bei 8.1.1 beginnen.

8.1.10 Die Zelle nach der zuvor bestimmten Zeit entleeren, die Muttern vorsichtig entfernen, den Zylinder abnehmen und die Probe entnehmen.

ANMERKUNG Die zuvor bestimmte Zeit (z. B. eine Stunde) wird in den Produkt- oder Leistungsnormen festgelegt.

8.1.11 Mithilfe einer Pinzette die 20 mm große vorgestanzte Mitte der Sammelscheibe vorsichtig aufnehmen und in eine Weithalsglasflasche mit Schraubverschluss geben.

8.2 Extraktion und Analyse

8.2.1 (20 ± 0,05) ml des ausgewählten Lösemittels mittels eines Messzylinders, eines Flaschenaufsatzdispensers oder eines anderen geeigneten Apparats in die Weithalsflasche geben. Sicherstellen, dass die Probe mit dem Lösemittel in Kontakt und die Flasche dicht verschlossen ist.

8.2.2 Den Orbitalschüttler auf eine Geschwindigkeit von (1,7 ± 0,2) s⁻¹ einstellen.

8.2.3 Die Flaschen auf den Orbitalschüttler setzen und den Zeitmesser auf (30 ± 1) min einstellen.

8.2.4 Schüttler und Zeitmesser starten und für (30 ± 1) min extrahieren.