

DIN EN ISO 23322



ICS 87.040; 87.060.30

Einsprüche bis 2021-09-16
Vorgesehen als Ersatz für
DIN 55683:2009-08

Entwurf

**Lösemittel für Beschichtungsstoffe –
Bestimmung der Lösemittel in ausschließlich organische Lösemittel
enthaltenden Beschichtungsstoffen –
Gaschromatographisches Verfahren (ISO 23322:2021)
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 23322:2021**

Paints and varnishes –

Determination of solvents in coating materials containing organic solvents only –

Gas-chromatographic method (ISO 23322:2021);

German and English version prEN ISO 23322:2021

Peintures et vernis –

Détermination des solvants dans les produits de peinture contenant uniquement des solvants organiques –

Méthode par chromatographie en phase gazeuse (ISO 23322:2021);

Version allemande et anglaise prEN ISO 23322:2021

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2021-07-16 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 nab@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 Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB), 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 37 Seiten

DIN-Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 23322:2021 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 35 „Paints and varnishes“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 23322:2021 durch das Technische Komitee CEN/TC 139 „Lacke und Anstrichstoffe“ übernommen, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitskreis NA 002-00-15-05 AK „VOC“ im DIN-Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB).

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

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

ISO 4618	siehe	DIN EN ISO 4618
ISO 15528	siehe	DIN EN ISO 15528
ISO 17895:2005	siehe	DIN EN ISO 17895:2005-06
ISO 11890-1	siehe	DIN EN ISO 11890-1
ISO 11890-2	siehe	DIN EN ISO 11890-2

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

Änderungen

Gegenüber DIN 55683:2009-08 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) der Text von ISO 23322:2021 wurde unverändert übernommen;
- b) der Text wurde redaktionell überarbeitet;
- c) die normativen Verweisungen wurden aktualisiert.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 4618, *Beschichtungsstoffe — Begriffe*

DIN EN ISO 15528, *Beschichtungsstoffe und Rohstoffe für Beschichtungsstoffe — Probenahme*

DIN EN ISO 17895:2005-06, *Beschichtungsstoffe — Bestimmung des Gehaltes an flüchtigen organischen Verbindungen in wasserverdünnbaren Dispersionsfarben (In-can VOC) (ISO 17895:2005); Deutsche Fassung EN ISO 17895:2005*

DIN EN ISO 11890-1, *Beschichtungsstoffe — Bestimmung des Gehaltes an flüchtigen organischen Verbindungen (VOC-Gehalt) — Teil 1: Differenzverfahren*

DIN EN ISO 11890-2, *Beschichtungsstoffe — Bestimmung des Gehaltes an flüchtigen organischen Verbindungen (VOC-Gehalt) und des Gehaltes an schwerflüchtigen organischen Verbindungen (SVOC-Gehalt) — Teil 2: Gaschromatographisches Verfahren*

— Leerseite —

<i>Titel de:</i>	Lösemittel für Beschichtungsstoffe — Bestimmung der Lösemittel in ausschließlich organische Lösemittel enthaltenden Beschichtungsstoffen — Gaschromatographisches Verfahren (ISO 23322:2021)
<i>Titel en:</i>	Paints and varnishes — Determination of solvents in coating materials containing organic solvents only — Gas-chromatographic method (ISO 23322:2021)
<i>Titel fr:</i>	Peintures et vernis — Détermination des solvants dans les produits de peinture contenant uniquement des solvants organiques — Méthode par chromatographie en phase gazeuse (ISO 23322:2021)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Einheiten	6
5 Kurzbeschreibung	6
6 Gerät	6
6.1 Gaschromatograph	6
6.1.1 Allgemeines	6
6.1.2 Probenaufgabesystem	7
6.1.3 Ofen	7
6.1.4 Detektor	7
6.1.5 Kapillartrennsäule	8
6.1.6 Leistungskriterien des analytischen Systems	8
6.2 Injektionsspritze	8
6.3 Datenverarbeitung	8
6.4 Probengefäß	8
7 Reagenzien	8
7.1 Allgemeines	8
7.2 Interner Standard	9
7.3 Gase	9
7.4 Kalibriersubstanzen	9
7.5 Extraktionslösemittel	9
8 Probenahme	10
9 Wahl des Probenaufgabesystems	10
10 Durchführung	10
10.1 Gaschromatographische Bedingungen	10
10.2 Einspritzvolumen	10
10.3 Kalibrierung	10
10.3.1 Allgemeines	10
10.3.2 Herstellung der Kalibrierlösungen	11
10.3.3 Analyse der Mehrpunkt-Kalibrierung	11
10.4 Qualitätssicherung	12
10.5 Probenvorbereitung und -analyse	12
10.5.1 Direkte Einspritzung	12
10.5.2 Headspace-Aufgabe	12
10.5.3 Vorbereitung von Prüfproben für die Analyse ohne mehrfache Standardzugaben	13
10.5.4 Datenerfassung zur Probenmessung	13
11 Quantitative Bestimmung des Gehaltes der Verbindungen bezogen auf CSRF	13
12 Angabe der Ergebnisse	14

13	Präzision.....	14
13.1	Wiederholpräzision.....	14
13.2	Vergleichpräzision.....	14
14	Prüfbericht.....	14
Anhang A (informativ) Beispiele für Bedingungen des GC-Verfahrens.....		15
Literaturhinweise.....		17

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 23322:2021 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 35 „Paints and varnishes“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und vom Technischen Komitee CEN/TC 139 „Lacke und Anstrichstoffe“ als prEN ISO 23322:2021 übernommen, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 23322:2021 wurde von CEN als prEN ISO 23322:2021 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO 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 staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) 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. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten 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 erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 35, *Paints and varnishes*, Unterkomitee SC 16, *Chemical analysis*, erarbeitet.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur gaschromatographischen Bestimmung der qualitativen und quantitativen Zusammensetzung der in einem Produkt enthaltenen Lösemittel fest. Das Verfahren ist anwendbar auf Beschichtungsstoffe, die ausschließlich organische Lösemittel enthalten (allgemein als konventionelle Beschichtungsstoffe bezeichnet) sowie auf Bindemittellösungen und nichtwässrige Dispersionen, die ausschließlich organische Lösemittel enthalten.

Das in diesem Dokument beschriebene Verfahren gilt nicht für die Bestimmung des Gehalts an flüchtigen organischen Verbindungen (VOC) und schwerflüchtigen organischen Verbindungen (SVOC).

ANMERKUNG Zur Bestimmung des Gehalts an VOC und SVOC siehe ISO 11890-2.

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).

ISO 4618, *Paints and varnishes — Terms and definitions*

ISO 15528, *Paints, varnishes and raw materials for paints and varnishes — Sampling*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 4618 und die folgenden Begriffe.

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

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

4 Einheiten

Die Analyseergebnisse werden als Massenanteil ausgedrückt.

5 Kurzbeschreibung

Der flüchtige Anteil der Probe des zu prüfenden Produkts wird durch Gaschromatographie getrennt. Je nach Art des Produkts kann entweder ein Heißaufgabesystem, ein Kaltaufgabesystem oder ein Headspace-Aufgabesystem verwendet werden. Nach dem Identifizieren der Bestandteile werden diese in einem Verfahren mithilfe des internen Standards über die Peakflächen quantifiziert.

6 Gerät

6.1 Gaschromatograph

6.1.1 Allgemeines

Der Gaschromatograph muss für die Verwendung mit Kapillartrennsäulen geeignet sein und die in 6.1.2 bis 6.1.4 angegebenen Bedingungen erfüllen.

Alle mit der Prüfprobe in Berührung kommenden Teile des Gerätes müssen aus einem Werkstoff (z. B. Glas) hergestellt sein, der gegenüber der Prüfprobe beständig ist und diese chemisch nicht verändert.

6.1.2 Probenaufgabesystem

6.1.2.1 Allgemeines

Das Verfahren bietet die Wahl zwischen drei Probenaufgabesystemen:

- Heißaufgabesystem mit Probenteiler;
- Kaltaufgabesystem mit Probeteiler;
- Headspace-Aufgabesystem.

6.1.2.2 Heißaufgabesystem

Das Gerät muss einen temperatureinstellbaren Einspritzblock mit Probenteiler aufweisen. Die Aufgabetemperatur muss auf 1 K genau einstellbar sein. Die Standardbetriebstemperatur muss zwischen 250 °C und 280 °C liegen.

ANMERKUNG Es ist sinnvoll, silanisierte Glaswolle zu verwenden, um nicht flüchtige Bestandteile zurückzuhalten. Die aktiven Seiten von silanisierter Glaswolle können organische Verbindungen aufnehmen und einen erheblichen Einfluss auf die Rückgewinnungsrate im niedrigeren Bereich des Verfahrens haben. Adsorptionserscheinungen äußern sich durch „Peak-tailing“, insbesondere bei halbflüchtigen Komponenten und/oder hoher Polarität.

6.1.2.3 Kaltaufgabesystem

Das Kaltaufgabesystem muss von Raumtemperatur bis 300 °C programmiert aufheizbar sein und über einen Probenteiler für geteilten Betrieb (Split-Betrieb) verfügen.

ANMERKUNG Es ist sinnvoll, silanisierte Glaswolle zu verwenden, um nicht flüchtige Bestandteile zurückzuhalten. Die aktiven Seiten von silanisierter Glaswolle können organische Verbindungen aufnehmen und einen erheblichen Einfluss auf die Rückgewinnungsrate im niedrigeren Bereich des Verfahrens haben. Adsorptionserscheinungen äußern sich durch „Peak-tailing“, insbesondere bei halbflüchtigen Komponenten und/oder hoher Polarität.

6.1.2.4 Headspace-Aufgabesystem

Es muss möglich sein, die folgenden Werte einzustellen:

- kontrollierte Probentemperatur: 150 °C;
- kontrollierte Temperatur der Übertragungsleitung und der Ausgabearmatur: 160 °C;
- Temperaturhaltezeit: 4 min.

6.1.3 Ofen

Der Ofen muss zwischen 40 °C und 300 °C sowohl isotherm regelbar als auch programmiert aufheizbar sein. Die Ofentemperatur muss auf 1 K genau einstellbar sein. Die Endtemperatur des Temperaturprogramms darf die maximale Betriebstemperatur der Trennsäule (siehe Herstelleranweisungen) nicht überschreiten.

6.1.4 Detektor

6.1.4.1 Allgemeines

Einer der folgenden beiden Detektoren muss verwendet werden.

6.1.4.2 Massenspektrometer (MS) oder anderer massenselektiver Detektor (MSD)

Die Detektortemperatur muss, um Kondensationserscheinungen zu verhindern, mindestens 10 K über der höchsten Ofentemperatur liegen.

6.1.4.3 Flammenionisationsdetektor

Der Flammenionisationsdetektor (FID) wird bei Temperaturen zwischen 230 °C und 300 °C betrieben. Die Detektortemperatur muss, um Kondensationserscheinungen zu verhindern, mindestens 10 K über der höchsten Ofentemperatur liegen. Detektorgasversorgung, Einspritzmenge, Teilungsverhältnis und Verstärkereinstellung sind so zu optimieren, dass die zur Berechnung verwendeten Signale (Peakflächen) proportional zur Substanzmenge sind.

6.1.5 Kapillartrennsäule

Die Trennsäule muss aus Glas oder Quarzglas („fused silica“) bestehen. Es müssen Trennsäulen mit ausreichender Länge zum Trennen von flüchtigen Verbindungen und einem Innendurchmesser von höchstens 0,32 mm, mit geeigneter Polarität und geeigneter Schichtdicke verwendet werden.

6.1.6 Leistungskriterien des analytischen Systems

Die Leistungskriterien des analytischen Systems müssen nachgewiesen werden. Die Auflösung R der zu trennenden Peaks muss mindestens 1,5 betragen.

Für die zu untersuchenden Verbindungen muss sichergestellt sein, dass die Probenkonzentration innerhalb des Quantifizierungsbereichs des Analysesystems liegt.

ANMERKUNG Die Bestimmungsgrenze kann für einzelne Verbindungen abweichen. Bei Bedarf kann die verbindungsspezifische Bestimmungsgrenze für die betrachtete(n) Einzelverbindung(en) bestimmt werden.

6.2 Injektionsspritze

Die Injektionsspritze eines Heiß- oder Kaltaufgabesystems muss ein Fassungsvermögen haben, das mindestens dem doppelten Volumen der in den Gaschromatographen einzuspritzenden Probenmenge entspricht.

6.3 Datenverarbeitung

Für die Integration, Kalibrierung, Quantifizierung und andere Datenverarbeitungsprozesse muss geeignete Software verwendet werden.

6.4 Probengefäß

Ein geeignetes Probengefäß besteht aus chemisch inertem Werkstoff, z. B. Glas, und kann z. B. mit einer mit Polytetrafluorethylen (PTFE) beschichteten Gummimembran dicht verschlossen werden. Das Gefäß muss bis etwa 90 % seines Nennvolumens gefüllt werden.

7 Reagenzien

7.1 Allgemeines

Tabelle 1 zeigt eine unvollständige Liste mit internen Standards und Extraktionslösemitteln.