

	DIN EN ISO 23649	
ICS 59.140.30	Einsprüche bis 2024-05-15	
Entwurf		
Chemikalien für die Ledergerbereiindustrie – Bestimmung von Cyclosiloxanen in Imprägnierfettungsmitteln (ISO/DIS 23649:2024); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 23649:2024 Chemicals for the leather tanning industry – Determination of cyclosiloxanes in waterproofing fatliquors (ISO/DIS 23649:2024), German and English version prEN ISO 23649:2024 Produits chimiques pour le tannage du cuir industrie – Détermination de cyclosiloxanes dans l'imperméabilisation liqueurs grasses (ISO/DIS 23649:2024); Version allemande et anglaise prEN ISO 23649:2024 Anwendungswarnvermerk Dieser Entwurf mit Erscheinungsdatum 2024-03-15 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt. Weil das beabsichtigte Dokument 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 Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin. Es wird gebeten, mit den Kommentaren zu diesem Entwurf jegliche relevanten Patentrechte, die bekannt sind, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen. Gesamtumfang 31 Seiten DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)		

Nationales Vorwort

Das Dokument (prEN ISO 23649:2024) wurde vom Technischen Komitee ISO/IULTCS „International Union of Leather Technologists and Chemists Societies“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 289 „Leder“ erarbeitet, dessen Sekretariat von UNI (Italien) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-05-52 AA „Chemische Prüfverfahren für Leder“ 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.

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

ISO 3696 siehe DIN ISO 3696

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

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke; Anforderungen und Prüfungen*

– Leerseite –

März 2024

prEN ISO 23649

Chemikalien für die Ledergerbereiindustrie – Bestimmung von Cyclosiloxanen in Imprägnierfettungsmitteln (ISO/DIS 23649:2024)

Chemicals for the leather tanning industry – Determination of cyclosiloxanes in waterproofing fatliquors (ISO/DIS 23649:2024), German and English version prEN ISO 23649:2024

Produits chimiques pour le tannage du cuir industrie – Détermination de cyclosiloxanes dans l'imperméabilisation liqueurs grasses (ISO/DIS 23649:2024)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	6
5 Prüfeinrichtung	6
6 Reagenzien	7
7 Probenahme und Probenvorbereitung	8
8 Durchführung	8
8.1 Herstellung der Probenlösung	8
8.2 Flüssig-Flüssig-Extraktion	8
8.3 Instrumentelle Analyse	9
9 Angabe der Ergebnisse	9
9.1 Berechnung	9
10 Präzision	9
11 Prüfbericht	9
Anhang A (informativ) Betriebsparameter der chromatographischen Analyse für GC-MS	11
A.1 Vorbemerkung	11
A.2 Betriebsparameter für GC-MS	11
A.2.1 Chromatographische Bedingungen für GC-MS	11
Anhang B (informativ) Präzision: Zuverlässigkeit des Verfahrens	12
Anhang C (normativ) Probenvorbereitung bei nicht wasserlöslichen Chemikalien	13
C.1 Vorbemerkung	13
C.2 Zusätzlich verwendete Reagenzien	13
C.3 Probenvorbereitung	13
Literaturhinweise	14

Tabellen

Tabelle 1 — Beispiele für Kalibrierlösungen	8
Tabelle A.1 — Typische Ionen für GC-MS	11
Tabelle B.1 — Statistische Daten für Octamethylcyclotetrasiloxan (D4) aus dem Ringversuch . .	12
Tabelle B.2 — Statistische Daten für Decamethylcyclopentasiloxan (D5) aus dem Ringversuch .	12
Tabelle B.3 — Statistische Daten für Dodecamethylcyclohexasiloxan (D6) aus dem Ringversuch .	12

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 23649:2024) wurde vom Technischen Komitee ISO/IULTCS „International Union of Leather Technologists and Chemists Societies“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 289 „Leder“ erarbeitet, dessen Sekretariat von UNI gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

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.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 23649:2024 wurde von CEN als prEN ISO 23649:2024 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

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 Directives, 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 Directives, Teil 2, erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

ISO weist auf die Möglichkeit hin, dass die Anwendung dieses Dokuments mit der Verwendung eines oder mehrerer Patente verbunden sein kann. ISO bezieht jedoch in dieser Hinsicht keinerlei Stellung bezüglich Nachweis, Gültigkeit oder Anwendbarkeit jeglicher beanspruchten Patentrechte. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieses Dokuments lag ISO keine Mitteilung über ein Patent bzw. mehrere Patente vor, welche/s zur Umsetzung dieses Dokuments erforderlich sein könnte/n. Anwender werden jedoch darauf hingewiesen, dass dies möglicherweise nicht der aktuelle Informationsstand ist. Dieser kann jedoch der Patentdatenbank unter www.iso.org/patents entnommen werden. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

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.

IULTCS wurde 1897 gegründet und ist eine weltweite Organisation professioneller Ledergesellschaften zur Weiterentwicklung der Lederwissenschaft und -technologie. IULTCS besteht aus drei Kommissionen, die für die Festlegung internationaler Verfahren der Probenahme und Prüfung von Leder zuständig sind. ISO erkennt IULTCS als ein internationales Normungsinstitut für die Vorbereitung von Prüfverfahren von Leder an.

Dieses Dokument wurde von der Kommission für chemische Prüfungen der „International Union of Leather Technologists and Chemists Societies“ (IUC Commission, IULTCS) in Zusammenarbeit mit dem Europäischen Komitee für Normung (CEN), Technisches Komitee CEN/TC 289 „Leder“, gemäß der Vereinbarung über technische Kooperation zwischen ISO und CEN (Wiener Vereinbarung) 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.

Einleitung

Dieses Dokument enthält ein Verfahren zur Analyse bestimmter Cyclosiloxane unter Verwendung von Geräten für die Gaschromatographie (GC) mit Massenspektrometer (MS). Mit diesem Analyseverfahren können Octamethylcyclotetrasiloxan (D4), Decamethylcyclopentasiloxan (D5) und Dodecamethylcyclohexasiloxan (D6) bestimmt werden.

In der Lederindustrie werden die Cyclosiloxane (D4), (D5) und (D6) zur Herstellung von Imprägnierfettungsmitteln auf Siliconbasis verwendet und können auch bei der Produktion von Zurichtchemikalien auf Siliconbasis, insbesondere als Griffmittel, verwendet werden.

Die offizielle Einstufung, die in der EU anerkannt ist, lautet derzeit wie folgt:

- Octamethylcyclotetrasiloxan (D4) als persistent, bioakkumulierbar und toxisch (1);
- Decamethylcyclopentasiloxan (D5) als persistent, bioakkumulierbar und toxisch (2);
- Dodecamethylcyclohexasiloxan (D6) als persistent, bioakkumulierbar und toxisch (3).

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung des Gesamtgehalts der folgenden Cyclosiloxane in Imprägnierfettungsmitteln und anderen Chemikalien auf Siliconbasis für die Ledergerbereiindustrie fest:

- Octamethylcyclotetrasiloxan (D4);
- Decamethylcyclopentasiloxan (D5);
- Dodecamethylcyclohexasiloxan (D6).

Dieses Verfahren erfordert den Einsatz von Flüssigchromatographie (GC), ausgestattet mit einem Single-Quadrupol-Massenspektrometer (MS) zur Identifizierung und Quantifizierung der Cyclosiloxane.

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 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

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

Nach dem Auflösen der Chemikalienprobe in Wasser wird eine Flüssig-Flüssig-Extraktion mit einem Hexan-Ethylacetat-Gemisch durchgeführt und anschließend werden die Cyclosiloxane durch Gaschromatographie mit Single-Quadrupol-Massenspektrometrie (GC-MS) analysiert. Unter Anwendung einer externen Kalibrierung wird die Quantifizierung unter Berücksichtigung der Wiederfindungsrate des internen Standards durchgeführt.

5 Prüfeinrichtung

Die üblichen Laborgeräte, insbesondere folgende Geräte müssen verwendet werden.

- 5.1 Ultraschallbad**, das bei Raumtemperatur betrieben werden kann.
- 5.2 Horizontalschüttler**, geeignet für mindestens 300 Zyklen je Minute.
- 5.3 Glasbehälter mit einer Schraubkappe**, z. B. mit einem Volumen von 20 ml.
- 5.4 Geeignete Spritzenmembranfilter**, z. B. aus Polyamid, mit einer Porengröße von 0,2 µm.
- 5.5 Messkolben**, z. B. mit einem Volumen von 10 ml und 100 ml.