

DIN EN ISO 23702-1



ICS 59.140.30

Einsprüche bis 2017-11-15

Entwurf

**Leder –
Organisches Fluor –
Teil 1: Bestimmung der nichtflüchtigen Verbindungen durch ein
Extraktionsverfahren mit Flüssigkeitschromatographie
(ISO/DIS 23702-1:2017);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 23702-1:2017**

Leather –
Organic fluorine –
Part 1: Determination of the non-volatile compounds by extraction method using liquid
chromatography (ISO/DIS 23702-1:2017);
German and English version prEN ISO 23702-1:2017

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2017-09-15 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, 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 Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 23702-1:2017) wurde von „International Union of Leather Technologists and Chemists Societies (IULTCS)“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 289 „Leder“ erarbeitet, dessen Sekretariat von UNI (Italien) gehalten wird.

Das zuständige deutsche 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 internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 2418	siehe DIN EN ISO 2418
ISO 3696	siehe DIN ISO 3696
ISO 4044	siehe DIN EN ISO 4044

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 2418, *Leder — Chemische, physikalische und mechanische Prüfungen und Echtheitsprüfungen — Probenahmestelle*

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

DIN EN ISO 4044, *Leder — Chemische Prüfungen — Vorbereitung von Proben für chemische Untersuchungen*

Leder — Organisches Fluor — Teil 1: Bestimmung der nichtflüchtigen Verbindungen durch ein Extraktionsverfahren mit Flüssigkeitschromatographie (ISO/DIS 23702-1:2017)

Leather — Organic fluorine — Part 1: Determination of non-volatile compounds by extraction method using liquid chromatography (ISO/DIS 23702-1:2017)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.8l

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	7
5 Reagenzien	7
6 Geräte	8
7 Prüfverfahren	9
7.1 Probenahme und Probenvorbereitung	9
7.2 Extraktionsverfahren	9
7.2.1 Extraktion	9
7.2.2 Störungen	10
7.3 Analyseverfahren	10
8 Berechnung und Angabe der Ergebnisse	10
9 Präzision	11
10 Prüfbericht	11
Anhang A (normativ) Klassen regulierter hoch-fluorierter Verbindungen, die nach dieser Norm bestimmt werden können	12
Anhang B (informativ) Andere relevante besorgniserregende Stoffe	13
Anhang C (informativ) Bedingungen für die LC-MS/MS-Chromatographie	14
C.1 Reagenzien für LC-MS/MS	14
C.2 Beispiel 1 für LC-MS/MS-Analysenbedingungen	14
C.2.1 Bedingungen für die LC-MS/MS-Chromatographie	14
C.2.2 Bedingungen für die LC-MS/MS-Massenpektrometrie	15
C.2.3 Fragment für die quantitative Bestimmung	15
C.3 Beispiel 2 für LC-MS/MS-Analysenbedingungen	16
C.3.1 Bedingungen für die LC-MS/MS-Chromatographie für PFOS und PFOA	16
C.3.2 Bedingungen für die LC-MS/MS-Chromatographie für andere polyfluorierte Verbindungen(PFC): PFBA, PFPeA, PFHxA, PFHpA, PFOA, PFNA, PFDA, PFUdA, PFDoA, PFTTrDA und PFTeDA	20
Anhang D (informativ) Störungen	21
D.1 Probenahme und Extraktion	21
D.2 Störungen bei LC-MS/MS	21
Literaturhinweise	22

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 23702-1:2017) wurde von „International Union of Leather Technologists and Chemists Societies (IULTCS)“ 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.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 23702-1:2017 wurde von CEN als prEN ISO 23702-1:2017 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.

ISO 23702-1 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“, dessen Sekretariat von UNI gehalten wird, gemäß der Vereinbarung über technische Kooperation zwischen ISO und CEN (Wiener Vereinbarung) erarbeitet.

IULTCS, die ursprünglich im Jahre 1897 gegründet wurde, ist eine weltweite Organisation von professionellen der Gesellschaften zur Förderung der Leder Wissenschaft und Technik. IULTCS hat drei Kommissionen, die für die Festlegung von international angewandten Verfahren für die Probenahme und Prüfung von Leder verantwortlich sind. ISO erkennt IULTCS als internationale Normungsorganisation für die Erstellung von Prüfverfahren für Leder an.

Anhang A ist ein normativer Anhang.

Die Anhänge B, C und D sind informative Anhänge.

Einleitung

Die Gruppe der per- und polyfluorierten Verbindungen (PFC, en: per- and poly-fluorinated compounds) besteht aus mehr als 800 Substanzen. Die bekanntesten sind Perfluoroctansulfonsäure (PFOS) und Perfluoroctansäure (PFOA).

Perfluoroctansulfonsäure (PFOS) ist als persistent, bioakkumulierbar und toxisch (PBT) eingestuft. PFOS und deren Salze sind in der EU-Verordnung 1907/2006 (REACH) Anhang XVII bezüglich der Vermarktung und Verwendung beschränkt. PFOS und deren Salze wurden im Mai 2009 in den Anhang B des Stockholmer Übereinkommens über persistente organische Schadstoffe (POP, en: persistent organic pollutants) aufgenommen. Demzufolge ist die Verwendung von PFOS und deren Salzen mittlerweile in vielen nationalen Verordnungen, z. B. EU-Verordnung 757/2010, beschränkt.

Perfluoroctansäure (PFOA) und deren Salze werden verdächtigt, ein ähnliches Risikoprofil wie PFOS zu haben.

Eine Vielzahl von langkettigen per- und polyfluorierten Verbindungen wurde in die EU-Kandidatenliste der besonders besorgniserregenden Stoffe (SVHC, en: substances of very high concern) aufgenommen, die verfügbar ist unter: <https://echa.europa.eu/candidate-list-table>.

Die langkettigen, vollständig fluorierten Anionen sind nichtflüchtig. Sie sind wärmebeständig und in der Umwelt abbauresistent. Die per- und polyfluorierten Verbindungen wurden in vielen Industriezweigen vielseitig eingesetzt, z. B. in öl-, schmutz- und wasserabweisenden Oberflächenbehandlungen (Zurichtungen) für Textilien, Lederprodukte, Papier, Möbel und Teppiche.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Prüfverfahren für den Nachweis und die quantitative Bestimmung von extrahierbaren, neutralen, ionischen perfluorierten und polyfluorierten Substanzen mit kurzer und mittlerer Kettenlänge in Leder fest.

Unter Berücksichtigung der dreidimensionalen Faserverteilung innerhalb des Leders bewertet diese Norm die perfluorierten und polyfluorierten Substanzen im Hinblick auf die Masse.

Die in Tabelle A.1 des normativen Anhangs A angeführten Klassen der regulierten Verbindungen schließen Säuren, Telomere, Sulfonate und Sulfonamidalkohole ein. Die Klassen anderer, nicht regulierter Verbindungen, die mit dieser Norm bestimmt werden können, sind in Anhang B, Tabelle B.1 festgelegt.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente 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 2418, *Leather — Chemical, physical and mechanical and fastness tests — Sampling location*

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

ISO 4044, *Leather — Chemical tests — Preparation of chemical test samples*

EN 15987, *Leder — Terminologie — Hauptdefinitionen für den Lederhandel*.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach EN 15987 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: unter <http://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: unter <http://www.electropedia.org/>

3.1

Analyt

Substanz oder chemischer Bestandteil, die/der einer Messung unterworfen wird

[QUELLE: CEN/TS 15968:2010, 3.1] [1]

3.2

Blindwertmatrix

Matrix, die größtenteils mit derjenigen für die Analyse identisch ist, die jedoch keinen Analyten oder diesen in einer geringen und bekannten Menge enthält

[QUELLE: CEN/TS 15968:2010, 3.2] [1]

3.3

Bestandteile

sämtliche reinen chemischen Materialien und Substanzen, aus denen sich ein Material zusammensetzt

3.4

Extrakt

konzentrierte Zubereitung des aus dem behandelten Material isolierten Analyten

3.5

interner Standard (IS)

vom Analyten abweichende Verbindung, die in der Probe in einer bekannten Menge enthalten oder der Probe zugesetzt ist, die gleichzeitig mit dem Analyten nachgewiesen wird und deren physikalische und chemische Eigenschaften möglichst ähnlich denen des Analyten sind

4 Kurzbeschreibung

Die in Anhang A, Tabelle A.1 angeführten Klassen der regulierten Verbindungen werden mit Methanol extrahiert und der Extrakt mittels Hochleistungs-Flüssig(keits)chromatographie mit einem massenspektrometrischen Detektor (LC-MS/MS) analysiert.

ANMERKUNG Die in Anhang B, Tabelle B.1 angeführten Klassen nicht regulierter Verbindungen werden nach dem gleichen Prinzip wie die regulierten Verbindungen behandelt.

5 Reagenzien

Die nachfolgend verwendeten Chemikalien müssen von definierter Reinheit sein.

5.1 Destilliertes oder deionisiertes Wasser, mindestens Qualität 3, wie in ISO 3696 festgelegt.

5.2 Methanol, CAS 67-56-1, HPLC-Reinheitsgrad

5.3 Stammlösungen der Referenzverbindungen, Reinheit > 95 % für die Reinsubstanz.

Im Handel sind Lösungen der Referenzverbindungen erhältlich. Diese sollten auf die erforderlichen Konzentrationen verdünnt werden. Wenn Referenzverbindungen als Reinsubstanz erhalten werden, sind 100 mg jedes Standards getrennt in einen 100-ml-Messkolben einzuwägen und mit Methanol (5.2) bis zur Marke aufzufüllen. Diese Lösung ist mit Methanol in einem Verhältnis von 1:1 000 zu verdünnen um eine Stammlösung mit 1 000 µg/l herzustellen.

5.4 Lösungen der Zielverbindungen

Von jeder Zielverbindung ist eine 500-µg/l-Lösung durch Verdünnen der 1 000-µg/l-Stammlösungen der Referenzverbindungen (5.1) mit Methanol herzustellen.

5.5 Herstellung der Kalibrierlösungen

Die Materialien und Flüssigkeiten müssen in reinen Behältern bei 4 °C aufbewahrt werden.

Unter Verwendung von Methanol (5.2), der Lösungen der Zielverbindungen (5.4) und der Lösung des internen Standards (5.6) sind geeignete Kalibrierlösungen herzustellen. Es müssen mindestens vier Kalibrierlösungen hergestellt werden, deren Konzentrationsbereich zu den angegebenen Grenzwerten passt. Zur Herstellung sind beispielsweise die in Tabelle 1 angegebenen Volumina zu verwenden.

Tabelle 1 — Kalibrierlösungen

Konzentration (µg/l)	2,5	5	10	20	30
Methanolvolumen (µl)	990	985	975	955	935
Volumen der Zielverbindung (µl)	5	10	20	40	60
Volumen des internen Standards (µl)	5	5	5	5	5

5.6 Interner Standard

Es ist ein geeigneter interner Standard zu verwenden. Der Gehalt an Verunreinigungen im internen Standard sollte vor der Verwendung jeder neuen Charge bestimmt werden.

Beispiele für interne Standards (IS) sind:

- 1) Perfluornonansäure, PFNA.
- 2) geeignete isotoopenmarkierte interne Standards sind:
 - Perfluor-[1,2,3,4-¹³C₄]-octansäure, MPFOA [isotoopenmarkierte PFOA];
 - ¹³C_x-PFOS (z. B. [F(CF₂)₈SO₃⁻ H⁺]-, 1,2,3,4-¹³C₄);
 - ¹⁸O_x-PFOS (z. B. [F(CF₂)₈SO₃⁻ H⁺]-, ¹⁸O₂).

Wenn andere Arten markierter interner Standards verfügbar sind, dürfen sie verwendet werden.

Vom internen Standard ist eine 500-µg/l-Lösung durch Verdünnen der handelsüblichen Lösung mit Methanol herzustellen.

Für den LC-MS/MS-Eluenten wird eine 10-mmol/l-Ammoniumacetat-Lösung durch Lösen von 0,771 g Ammoniumacetat (Tabelle 3) in 1 000 ml deionisiertem Wasser hergestellt.

6 Geräte

Geräte oder jegliche Teile dieser, die mit der Probe oder dem Extrakt in Berührung kommen, sollten frei von störenden Verbindungen sein, siehe Anhang D.

Es sind Geräte zu verwenden, die frei von Glas und sämtlichen Arten von Fluorpolymer-Kunststoffen, einschließlich Polytetrafluorethen (PTFE), sind. Zum Beispiel sind Geräte aus Polypropylen (PP) oder Polyethylen (PE) zu verwenden.

Sämtliche Laborgeräte und zugänglichen Teile der Extraktionsapparatur sind durch Spülen mit Methanol (5.2) zu reinigen.

Die Probenbehälter müssen vor der Verwendung gründlich mit Wasser (5.1) und Methanol (5.2) gespült werden.

Die Probenbehälter müssen vor der Verwendung auf mögliche Hintergrundverunreinigung geprüft werden.

6.1 Geeignetes Werkzeug mit **scharfer Klinge** zum Schneiden der Lederprobe.

6.2 **Messkolben**, PP oder PE, mit inertem Stopfen.

6.3 **Extraktionsgefäße**, geeignete PP-oder PE-Gefäße, Volumen mindestens 20 ml und zentrifugentauglich.

6.4 **Laborzentrifuge**, geeignet für die Extraktionsgefäße (6.3).

6.5 **Ultraschallbad**, ausgestattet mit einem einstellbaren Badtemperaturregler, bis mindestens 60 °C.

6.6 **Gerät zur Anreicherung** (z. B. mit hydrophiler/lipophiler Base, Festphasenextraktion, schwachem Anionenaustauscherharz oder ein Rotationsverdampfer).

6.7 Analysenwaage, die auf 0,001 g wiegen kann.

6.8 Hochleistungs-Flüssig(keits)chromatograph, (LC-MS/MS), temperaturgeregelt und mit sämtlichem erforderlichem Zubehör, einschließlich Gasen, LC-Säulen, Injektor und einem massenspektrometrischen Detektor, entweder Tandem-MS oder Quadrupol-MS.

6.9 Gerät zur Festphasenextraktion (SPE), falls zur Probenaufbereitung erforderlich.

6.10 Membranfiltergerät und Polyamid-Membranfilter, 0,22 µm Porengröße.

7 Prüfverfahren

7.1 Probenahme und Probenvorbereitung

Die gewählte Lederprobe sollte für die Charge, aus der sie entnommen wurde, repräsentativ sein. Die Probenahme ist möglichst nach ISO 2418 durchzuführen. Falls die Probenahme nach ISO 2418 nicht möglich ist (z. B. Leder von fertigen Erzeugnissen wie Schuhe oder Kleidungsstücke), müssen im Prüfbericht Einzelheiten zur Probenahme angegeben werden.

Bei der Probenahme an Ledererzeugnissen, die getrennte verschiedenartige Teile haben, muss das Erzeugnis zerlegt und jedes Teil getrennt analysiert werden.

Im Fall eines beschichteten Leders ist, sofern möglich, die Beschichtung vom Ledersubstrat zu trennen. Das Ledersubstrat muss nach dem in dieser Norm festgelegten Verfahren analysiert werden. Wenn keine Trennung der Beschichtung vom Leder vorgenommen werden kann, muss der gesamte Artikel analysiert werden.

ANMERKUNG Die Beschichtung kann nach CEN/TS 15986 [1] geprüft werden.

Es ist eine massebasierte Lederprobe von ≥ 2 g zu nehmen. Das Ergebnis muss in der Einheit mg/kg angegeben werden.

Die Lederprobe ist nach dem in ISO 4044, 6.3, festgelegten Verfahren zu schneiden (6.1). Die Stücke müssen 3 mm bis 5 mm lang sein.

In ein geeignetes Extraktionsgefäß (6.3) ist $(1,0 \pm 0,1)$ g der Lederstücke genau einzuwägen (6.7). Die Masse der Leder-Untersuchungsproben, m_E , ist aufzuzeichnen.

7.2 Extraktionsverfahren

7.2.1 Extraktion

In das Extraktionsgefäß mit den Lederstücken sind 10 ml Methanol (5.2) und 100 µl der Lösung des internen Standards (5.6) zu geben. Die Untersuchungsprobe ist in einem Ultraschallbad (6.5) bei einer Temperatur von 60 °C für 1 Stunde zu extrahieren. Wenn die Untersuchungsprobe nicht vollständig eingetaucht ist, sind weitere Zugaben von 5 ml Methanol bis zu 20 ml vorzunehmen.

Das Extraktionsgefäß ist zu zentrifugieren (6.4). Eine flüssige Probe wird in ein Probengefäß für die chromatographische LC-MS/MS-Analyse (6.8) überführt und filtriert (6.10).

Wenn ein Anreicherungsschritt (6.6) notwendig ist, muss überprüft werden, ob die Wiederfindungsrate ≥ 90 % ist, bevor mit einer zweiten Extraktion fortgesetzt wird.

7.2.2 Störungen

Matrixstörungen können von Verunreinigungen hervorgerufen werden, die aus den Proben mitextrahiert werden. Das Ausmaß der Matrixstörungen schwankt in Abhängigkeit von der Art der Proben beträchtlich, siehe Anhang D.

Um Störungen zu verringern, kann folgendes Vorreinigungsverfahren mit SPE (6.9) angewendet werden.

Extraktion mit SPE WAX 100 mg/6m wie folgt:

- Konditionierung des SPE-Sorbens mit 4 ml Ammoniak/Methanol (0,1 % V/V), anschließend mit 4 ml Methanol und abschließend mit 4 ml Wasser;
- Eluieren der SPE mit Probenextrakt und anschließendes Trocknen des SPE;
- Eluieren der SPE mit 4 ml Acetatpuffer mit pH 4 und anschließendes Trocknen;
- Extrahieren der Analyten mit 4 ml Methanol und 4 ml Ammoniak/Methanol (0,1 % V/V);
- Einengen des Volumens mit einem mäßigen N₂-Durchfluss von 2 ml/min bis 5 ml/min. Abschließend ist mit einem Polyamid-Membranfilter (6.10) mit 0,22 µm Porengröße zu filtrieren.

7.3 Analyseverfahren

Nach der Extraktion mit Methanol wird der Extrakt mittels LC-MS/MS (6.8) analysiert.

Es können verschiedene Typen von Geräten zur Hochleistungsflüssigchromatographie, die mit einem massenspektrometrischen Detektor (6.8) ausgestattet sind, verwendet werden. Anhang C enthält Orientierungsbeispiele zu geeigneten chromatographischen Bedingungen. In Anhang C, C.2 und C.3, sind 2 LC-MS/MS-Chromatographieverfahren vorgeschlagen, die sich für diese Analyse als geeignet erwiesen haben.

Um eine lineare Kalibrierkurve der gegen die Konzentration in µg/l aufgetragenen Peakfläche zu erhalten, sind die Kalibrierlösungen (5.5) zu verwenden.

8 Berechnung und Angabe der Ergebnisse

Das Ergebnis ist in mg/kg anzugeben.

Der PFC-Gehalt wird als Massenanteil w in Milligramm je Kilogramm (mg/kg) der Lederprobe nach folgender Gleichung berechnet:

$$w = \frac{(A_s - b) \times V}{a \times m_E}$$

Dabei ist

- A_s die Peakfläche der PFC in der Extraktionslösung;
- b der Schnittpunkt der Kalibriergeraden der spezifischen PFC;
- a der Anstieg der Kalibriergeraden der spezifischen PFC;
- V das nach 7.2.1 verwendete Volumen in Milliliter (ml);
- m_E die Masse der Leder-Untersuchungsprobe in Gramm (g).

9 Präzision

Mit diesem Verfahren wird eine praktische Bestimmungsgrenze von 1 mg/kg erreicht.

10 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss mindestens die folgenden Angaben enthalten:

- a) Identität der Probe und, falls notwendig, Einzelheiten der Probenahme (7.1);
- b) das angewendete Verfahren durch Verweisung auf diese ISO-Norm;
- c) Angabe der zugeführten Probenmenge (in Gramm);
- d) Identifizierung und quantitative Bestimmung der einzelnen Bestandteile;
- e) Angabe der Ergebnisse in mg/kg;
- f) Wiederfindungsraten der Referenzverbindungen;
- g) jegliche Abweichung von diesem Verfahren und sämtliche Umstände, die das Ergebnis beeinflusst haben könnten;
- h) Angabe der Bestimmungsgrenze (LOQ) und der Nachweisgrenze (LOD).

Anhang A (normativ)

Klassen regulierter hoch-fluorierter Verbindungen, die nach dieser Norm bestimmt werden können

Langkettige ionische per- und polyfluorierte Verbindungen von C₇ bis C₁₄ wurden in der Lederindustrie für öl-, schmutz- und wasserabweisende Zurichtungen verwendet. Die Klassen der regulierten Verbindungen in Tabelle 1 schließen die Säuren, Telomere, Sulfonate und Sulfonamidalkohole ein.

Tabelle A.1 — Klassen regulierter hoch-fluorierter Verbindungen, die nach dieser Norm bestimmt werden können

Name der Verbindung	Kurzbezeichnung	CAS-Nummer
Perfluoroctansulfonsäure	PFOS	1763-23-1
Perfluoroctansäure	PFOA	335-67-1
Perfluornonansäure (interner Standard)	PFNA	375-95-1
Perfluorundecansäure	PFUnDA (oder PFUdA)	2058-94-8
Perfluorododecansäure	PFDoDA (oder PFDoA)	307-55-1
Perfluorotridecansäure	PFTTrDA	72629-94-8
Perfluorotetradecansäure	PFTeDA	376-06-7