

DIN EN ISO 6401



ICS 83.080.20

Einsprüche bis 2022-06-15
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 6401:2008-12

Entwurf

**Kunststoffe –
Polyvinylchlorid –
Bestimmung des Restgehaltes an Vinylchlorid-Monomer –
Gaschromatographisches Verfahren (ISO/DIS 6401:2022);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 6401:2022**

Plastics –
Poly(vinyl chloride) –
Determination of residual vinyl chloride monomer – Gas-chromatographic method
(ISO/DIS 6401:2022);
German and English version prEN ISO 6401:2022

Plastiques –
Poly(chlorure de vinyle) –
Détermination du chlorure de vinyle monomère résiduel – Méthode par chromatographie
en phase gazeuse (ISO/DIS 6401:2022);
Version allemande et anglaise prEN ISO 6401:2022

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2022-04-15 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 fnk@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 Kunststoffe (FNK), 10772 Berlin oder Am DIN-Platz, 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 24 Seiten

DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 6401:2022) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NBN (Belgien) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 054-01-03 AA „Physikalische, rheologische und analytische Prüfungen“ im DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK).

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.

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 EN ISO 6401:2008-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) eine Verweisung auf *N,N'*-Dimethylacetamid wurde hinzugefügt;
- b) die Bedingungen für die Lagerung von Vinylchlorid-Standardlösungen wurden genauer festgelegt;
- c) die Gleichung für die Angabe des Anteils an Vinylchlorid im Verhältnis zur Harzmenge wurde korrigiert;
- d) der Prüfbericht wurde erweitert.

**Kunststoffe – Polyvinylchlorid – Bestimmung des Restgehaltes an
Vinylchlorid-Monomer – Gaschromatographisches Verfahren (ISO/DIS 6401:2022)**

Plastics – Poly(vinyl chloride) – Determination of residual vinyl chloride monomer – Gas-chromatographic method (ISO/DIS 6401:2022)

Plastiques – Poly(chlorure de vinyle) – Détermination du chlorure de vinyle monomère résiduel – Méthode par chromatographie en phase gazeuse (ISO/DIS 6401:2022)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	5
5 Probenahme	5
6 Prüfeinrichtung	5
7 Reagenzien und Materialien	6
8 Prüfverfahren	7
8.1 Herstellung der Prüflösungen	7
8.2 Gaschromatographie	7
8.3 Bestimmung	7
8.4 Erstellen der Kalibrierkurve	8
9 Auswertung	8
10 Präzision	8
11 Prüfbericht	8
Anhang A (informativ) Geeignete GC-Säulen für die Bestimmung des Vinylchlorid-Monomers . .	10
Anhang B (informativ) Typisches Ansprechverhalten für Vinylchloridmonomer-Standards	11
Literaturhinweise	12

Bilder

Bild B.1 — Typisches Ansprechverhalten für Vinylchloridmonomer-Standards in <i>N,N'</i> -Dimethylacetamid bei Verwendung des Säulentyps 2, wie in Anhang A beschrieben	11
---	----

Tabellen

Tabelle A.1 — Geeignete Säulen	10
--	----

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 6401:2022) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NBN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 6401:2008 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 6401:2022 wurde von CEN als prEN ISO 6401:2022 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 61, *Plastics*, Unterkomitee SC 5, *Physical-chemical properties* erarbeitet.

Diese dritte Ausgabe ersetzt die zweite Ausgabe (ISO 6401:2008), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen sind folgende:

- eine Verweisung auf *N,N'*-Dimethylacetamid wurde hinzugefügt;
- die Bedingungen für die Lagerung von Vinylchlorid-Standardlösungen wurden genauer festgelegt;
- die Gleichung für die Angabe des Anteils an Vinylchlorid im Verhältnis zur Harzmenge wurde korrigiert;
- der Prüfbericht wurde erweitert.

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.

SICHERHEITSANWEISUNG — Anwender dieses Dokuments sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Dieses Dokument beabsichtigt nicht die Anführung aller eventuell auftretenden Sicherheitsprobleme beim Gebrauch. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, geeignete Sicherheits- und Gesundheitsschutzmaßnahmen zu treffen und die Übereinstimmung mit den nationalen Vorschriften sicherzustellen.

1 Anwendungsbereich

Das vorliegende Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung des Vinylchlorid-Monomers in Vinylchlorid-Homopolymeren und -Copolymeren sowie Compound-Materialien fest. Das Verfahren beruht auf dem Lösen der Probe und anschließender Headspace-Gaschromatographie. Dabei können Vinylchlorid-Konzentrationen im Bereich von 0,1 mg/kg bis 3,0 mg/kg bestimmt werden.

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 472, *Plastics — Vocabulary*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 472.

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

Die Konzentration des Vinylchlorid-Monomers wird durch Headspace-Gaschromatographieanalyse der in *N,N'*-Dimethylacetamid gelösten oder gequollenen Prüfmenge des Polymers bestimmt.

5 Probenahme

In gelagerten Polymerharzproben kann sich auf Grund der Flüchtigkeit des Vinylchlorids ein Konzentrationsgradient ausbilden. Die Kühlung der Probe vor der Probenahme ist ratsam, jedoch muss dabei die Kondensation von Luftfeuchte vermieden werden. Die Probenvorbereitung muss so schnell wie möglich durchgeführt werden, um Verluste an Restmonomer auf ein Mindestmaß einzuschränken. Bei Austausch von Proben zwischen Laboratorien oder bei erforderlicher Lagerung sollten die Proben in vollständig gefüllten Glasflaschen oder -probengläschen (z. B. 6.5, 6.6) verpackt werden.

6 Prüfeinrichtung

Neben den üblichen Laborgeräten sind folgende Geräte erforderlich.

6.1 Gaschromatograph (GC), der mit einem automatischen Dampfraum-Probenahmegerät (en: head-space sampler) ausgestattet ist.

6.2 Gaschromatographischer Detektor.

Es darf jeder Detektor verwendet werden, der für die Erfassung von Vinylchlorid-Monomer geeignet ist.

6.3 Gaschromatographiesäule.

Das mit einer Lösung von 0,01 mg Vinylchlorid je Liter erhaltene Signal muss mindestens dem dreifachen Hintergrundsignal (Rauschen) entsprechen. Die Nachweisgrenze des Verfahrens entspricht einem Anteil an Vinylchlorid von 0,1 mg/kg in der Prüfmenge. Beispiele geeigneter Säulen sind im Anhang A, Tabelle A.1 beschrieben.

6.4 Datenverarbeitungssystem zur Aufnahme und Auswertung von GC-Analysen.

6.5 Glasflaschen, Volumen 30 ml, mit polytetrafluorethylen-(PTFE-)beschichtetem Silikonseptum und Aluminiumbördelkappe.

6.6 Probengläschen (Vials) aus Glas, Volumen 22,5 ml, mit polytetrafluorethylen-(PTFE-)beschichtetem Silikonseptum und Aluminiumkappe.

6.7 Crimpwerkzeug (Bördelzange) und Öffnungszange zum Verschließen und Öffnen der Probengläschen.

6.8 Glaspipetten, Volumen 25 ml und 10 ml.

6.9 Mikrodosierspritzen, Volumen 500 µl und 100 µl.

6.10 Gasdichte Glasspritzen, Volumen 10 ml, mit Sperrventil.

6.11 Analysenwaage, mit der auf 0,1 mg abgelesen werden kann.

7 Reagenzien und Materialien

Alle Reagenzien müssen einen anerkannten analytischen Reinheitsgrad aufweisen.

WARNUNG — Vinylchlorid gehört zu den gefährlichen Stoffen und ist bei Umgebungstemperatur gasförmig. Die Herstellung der Lösungen muss daher unter einem gut funktionierenden Abzug erfolgen.

7.1 Vinylchlorid, Reinheitsgrad > 99,5 %. Die Vinylchlorid-Gasflasche muss mit einem Spritzenadapter ausgestattet sein.

7.2 *N,N'*-Dimethylacetamid, Dichte $\rho = 0,9372$ g/ml [1]. Das Lösemittel darf keine Verunreinigungen enthalten mit der gleichen chromatographischen Retentionszeit wie das Vinylchlorid unter Prüfbedingungen.

WARNUNG — *N,N'*-Dimethylacetamid ist ebenfalls ein gefährlicher Stoff.

7.3 Detektorgase und Trägergas, als hochreine Gase, die zum Erzielen der erforderlichen niedrigen Grenzwerte der quantitativen Analyse verwendet werden müssen.

7.4 Vinylchlorid-Standardlösung, die etwa 1600 mg/l Vinylchlorid entspricht.

In eine 30-ml-Glasflasche (6.5) sind mit einer Glaspipette (6.8) 25 ml *N,N'*-Dimethylacetamid (7.2) zu geben, worauf die Flasche mit einer Bördelkappe mit PTFE-beschichtetem Silikonseptum verschlossen wird. Die Flasche mit dem *N,N'*-Dimethylacetamid ist (auf 0,1 mg) zu wägen. Mit einer vorgespülten, gasdichten 10-ml-Spritze (6.10) sind 10 ml Vinylchloridgas durch das Septum in das *N,N'*-Dimethylacetamid (das Ende der Spritze ist unter der Oberfläche der Flüssigkeit zu halten) einzuspritzen. Jede Art der Luftverfälschung (Änderung der Zusammensetzung) ist zu vermeiden. Diese Lösung wird als Kalibriersubstanz „A“ gekennzeichnet.

Obiger Vorgang ist mit einer zweiten 30-ml-Glasflasche zu wiederholen und die erhaltene Lösung als Kalibriersubstanz „B“ zu kennzeichnen.

Die beiden Glasflaschen sind für 2 h bei Raumtemperatur stehen zu lassen, um die vollständige Aufnahme des Vinylchlorides sicherzustellen. Zum Bestimmen der Masse des zugegebenen Monomers ist auf 0,1 mg rückzuwägen. Die Masse des Vinylchlorids in jeder Standardlösung beträgt in Abhängigkeit vom Zylinderdruck etwa