

DIN ISO 13741-1



ICS 83.040.10; 83.080.01

Einsprüche bis 2024-09-26
Vorgesehen als Ersatz für
DIN ISO 13741-1:2003-04

Entwurf

**Kunststoffe/Kautschuk –
Bestimmung von Restmonomeren und anderen organischen Bestandteilen
mittels Kapillarsäulen-Gaschromatographie –
Teil 1: Verfahren der Direkteinspritzung (ISO 13741-1:2023);
Text Deutsch und Englisch**

Plastics/rubber –
Determination of residual monomers and other organic components by capillary-column gas chromatography –
Part 1: Direct liquid injection method (ISO 13741-1:2023);
Text in German and English

Plastiques/caoutchouc –
Détermination des monomères résiduels et autres constituants organiques par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire –
Partie 1: Méthode d'injection liquide directe (ISO 13741-1:2023);
Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

Dieser Entwurf mit Erscheinungsdatum 2024-07-26 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 net@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 Elastomer-Technik (NET), 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 29 Seiten

DIN-Normenausschuss Elastomer-Technik (NET)
DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort	3
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Kurzbeschreibung	7
5 Reagenzien	7
6 Prüfgeräte	8
7 Vorbereitung der Prüfgeräte	8
8 Kalibrierung	9
9 Durchführung	11
10 Berechnung	11
11 Genauigkeit	13
12 Prüfbericht	14
Literaturhinweise	15

Bilder

Bild 1 — Typisches Chromatogramm	13
--	----

Tabellen

Tabelle 1 — Übliche Betriebsbedingungen ^a	9
--	---

Nationales Vorwort

Dieses Dokument enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 13741-1:2023, die vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ erarbeitet wurde, dessen Sekretariat von SAC (China) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 045-04-02 AA „Übergreifende Themen“ im DIN-Normenausschuss Elastomer-Technik (NET).

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.

Änderungen

Gegenüber DIN ISO 13741-1:2003-04 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Änderung des Titels von vier auf drei Elemente;
- b) Streichung eines Teils des Anwendungsbereiches (1.3);
- c) Hinzufügung von Abschnitt 3 „Begriffe“ und entsprechender Umnummerierung der folgenden Abschnitte;
- d) Nummerierung von Gleichung (1) und Gleichung (2);
- e) redaktionelle Überarbeitung.

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

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

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).

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 9, *Thermoplastic materials*, erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 13741-1:1998), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen sind folgende:

- der Titel wurde von 4 auf 3 Elemente reduziert;
- ein Teil des Anwendungsbereichs (1.3) wurde entfernt;
- Abschnitt 3, Begriffe, wurde hinzugefügt und die nachfolgenden Abschnitte wurden neu nummeriert;
- Gleichung (1) und Gleichung (2) wurden nummeriert.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 13741-1 ist auf der ISO-Internetseite abrufbar.

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

Zu den Anforderungen, die die Behörden heute stellen, gehört die Bewertung des Gehalts der Restmonomere und der gesättigten organischen flüchtigen Stoffe, die aus gesundheits- und umweltpolitischen Gründen teilweise auf ein Minimum beschränkt sind. Frühere Normen zur Messung von flüchtigen Bestandteilen, die auf Destillation in Verbindung mit Titration basieren, können solchen Ansprüchen nicht gerecht werden.

Dieses Dokument stellt ein fortschrittliches Verfahren für die gaschromatographische Bestimmung von Restmonomeren und anderen organischen Bestandteilen in Polymerdispersionen und -gittern vor. Das Verfahren entspricht den heutigen Anforderungen an Analyseverfahren und soll anstelle von ISO 3899 verwendet werden, wenn präzise Messungen des Gehalts an flüchtigen Bestandteilen erforderlich sind. Der Anwendungsbereich wird auf andere flüchtige organische Bestandteile erweitert.

1 Anwendungsbereich

1.1 Dieses Dokument legt ein Verfahren für die Bestimmung von Restmonomeren und anderen (gesättigten) organischen Bestandteilen in wässrigen Polymerdispersionen und Gittern sowie in verwandten Produkten fest. Dabei wird die Kapillarsäulen-Gaschromatographie mit Direkteinspritzung der flüssigen Probe verwendet.

1.2 Zu den Restmonomeren und gesättigten flüchtigen Stoffen, die mit diesem Verfahren erfolgreich bestimmt wurden, gehören Acryl- und Methacrylester, Acrylnitril, Butadien, Styrol, Vinylacetat, Vinylchlorid sowie Nebenprodukte wie Acetaldehyd und Ethylbenzol.

WARNUNG — Dieses Dokument beansprucht nicht, alle damit verbundenen Sicherheitsprobleme zu behandeln, die mit der Verwendung verbunden sein können. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieses Dokuments, angemessene Sicherheits- und Gesundheitsmaßnahmen zu ergreifen und die Anwendbarkeit der gesetzlichen Beschränkungen vor der Verwendung zu bestimmen.

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

Eine Untersuchungsprobe wird mit Wasser verdünnt, das einen internen Standard enthält, und auf den Liner eines Gaschromatographen mit einer Kapillarsäule, einem Flammenionisationsdetektor und einer linearen Temperaturprogrammierungsfunktion gespritzt.

Butadien kann mit Cis-2-Buten co-eluiert werden. Butylacrylat und Dibutylether müssen mit der DB5-Säule getrennt werden.

5 Reagenzien

Sofern nicht anders angegeben, dürfen nur Reagenzien mit bekanntem analytischen Reinheitsgrad und nur Wasser mit Reinheitsgrad 1 in Übereinstimmung mit ISO 3696 verwendet werden.

5.1 Trägergas, Stickstoff, Helium oder Wasserstoff mit einer Reinheit von 999,95 ml/l (oder höher). Wasserstoff muss mit Vorsicht verwendet werden.

5.2 Propionitril, Reinheit 990 g/kg, zur Verwendung als interner Standard.

Propionitril hat sich als geeigneter interner Standard erwiesen, es können jedoch auch andere, zumindest teilweise wasserlösliche organische Verbindungen, die nicht in der Probe enthalten sind, als interner Standard

verwendet werden, z. B. Isobutylacetat oder Methylisobutylketon. Der interne Standard muss zu einer klaren chromatographischen Trennung führen und darf keine der ursprünglich in der Probe vorhandenen Bestandteile beeinträchtigen.

5.3 Monomere und andere organische Verbindungen von Interesse, Reinheit 990 g/kg, zu Vergleichszwecken.

5.4 Dimethylformamid (DMF).

5.5 Tetrahydrofuran (THF).

6 Prüfgeräte

Übliche Laborausrüstung sowie Folgendes.

6.1 Gaschromatograph, mit Einspritzöffnung für den Split-Betrieb, mit Liner mit einem Volumen von mindestens 1 cm³, einem Flammenionisationsdetektor (FID) und einer linearen Temperaturprogrammierungsfunktion für die Säule.

6.2 Kapillarsäule, mit einer Länge von 30 m und einem Innendurchmesser von 0,53 mm, 0,32 mm oder 0,25 mm aus Quarzglas, die innen mit einem 1 m bis 5 m dicken Film aus Dimethylpolysiloxan überzogen ist.

6.3 Integrator oder geeignetes Aufzeichnungsgerät.

Die Aufzeichnung oder Integration erfolgt mittels eines Chromatographiedatensystems (DTS), wie z. B. ChromeleonTM¹.

6.4 Mikrospritzen, mit einer Kapazität von 10 µl bis 50 µl.

6.5 Analysewaage, mit einer Fehlergrenze von 0,1 mg.

6.6 Messkolben, mit einer Kapazität von 50 ml und 1 000 ml.

7 Vorbereitung der Prüfgeräte

7.1 Der Einsatz ist teilweise mit Glaswolle zu füllen, um die Feststoffe während des Einspritzens zurückzuhalten.

7.2 Die Temperatur des Detektors ist so zu regeln, dass sie innerhalb von 1 °C konstant ist, ohne dass der Thermostat schwankt, was eine ungenaue Ausgangslage zur Folge hätte.

¹ ChromeleonTM ist die Marke eines Produkts. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Dokuments und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produkts durch ISO. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn sie nachweislich zu identischen Ergebnissen führen können.

Tabelle 1 — Übliche Betriebsbedingungen^a

Detektor	Flammenionisation
Luftvolumenstrom	300 ml/min oder 450 ml/min
Wasserstoff-Durchflussmenge	30 ml/min
Spülgas-Durchflussmenge	30 ml/min
Säule	
Länge	30 m
Innendurchmesser	0,25 mm, 0,32 mm oder 0,53 mm
Filmdicke	1 µm bis 5 µm (Dimethylpolysiloxan)
Trägergas	Stickstoff oder Helium
Durchflussmenge	0,8 ml/min bis 1,2 ml/min oder 4 ml/min
Spülrate	1 ml/min bis 2 ml/min
Temperaturen	
Einspritzöffnung	150 °C bis 200 °C ^c
Detektorblock	250 °C
Anfangstemperatur der Säule	50 °C
Haltezeit	5 min
Programmrage	5 °C/min
Finale Temperatur der Säule	200 °C (oder mehr, je nach Bedarf)
Finale Haltezeit ^b	7 Minuten (oder länger)
Einspritzvolumen	1 µl
Splitverhältnis	0 : 1 bis 100 : 1
^a Es ist unter Umständen notwendig, diese Bedingungen zu ändern, wenn Probleme bei der Trennung auftreten oder wenn in den Herstelleranweisungen des Gaschromatographen andere Bedingungen angegeben sind. Beispielsweise ist eine Säule mit einem Innendurchmesser von < 0,53 mm unter Umständen besser geeignet: In diesem Fall ist die Durchflussmenge des Trägergases auf etwa 1 cm ³ /min zu reduzieren. ^b Nach dem letzten Halten wird ein Erhitzen auf 300 °C oder 320 °C empfohlen, um die Säule zu durchspülen. ^c Methylmethacrylat ist nicht thermisch stabil über 175 °C.	

8 Kalibrierung

8.1 Um verlässliche Ergebnisse zu erhalten, ist es notwendig, das Gerät für jede Analyse in Bezug auf Empfindlichkeit und Retentionszeit zu kalibrieren.

Dazu werden die Responsefaktoren und Retentionszeiten für jeden Bestandteil, von dem erwartet wird, dass er in der Dispersion oder dem Latex vorhanden ist, bestimmt, indem kleine Mengen des internen Standards zusammen mit den einzelnen Bestandteilen oder deren Mischungen, gelöst in einem Lösemittel (z. B. Dimethylformamid oder Tetrahydrofuran), eingespritzt werden.

8.2 Es ist auf 0,1 mg genau, etwa 100 mg Propionitril und 50 mg bis 200 mg des betreffenden flüchtigen Stoffes (drei bis vier verschiedene Mengen werden empfohlen) in einen 50 ml Messkolben abzuwiegen. Der Messkolben ist bis zur Marke mit Dimethylformamid oder Tetrahydrofuran zu füllen und gut durchzumischen.

8.3 Es ist ein 1 ml Aliquot der in 7.1 vorbereiteten Lösung in den Einspritzblock einzuspritzen und das Chromatogramm aufzuzeichnen. Es sind die gleichen Gerätebedingungen wie bei der Probenanalyse zu verwenden.

Die Elutionsreihenfolge für übliche flüchtige Stoffe ist folgende: