



Institut luxembourgeois de la normalisation
de l'accréditation, de la sécurité et qualité
des produits et services

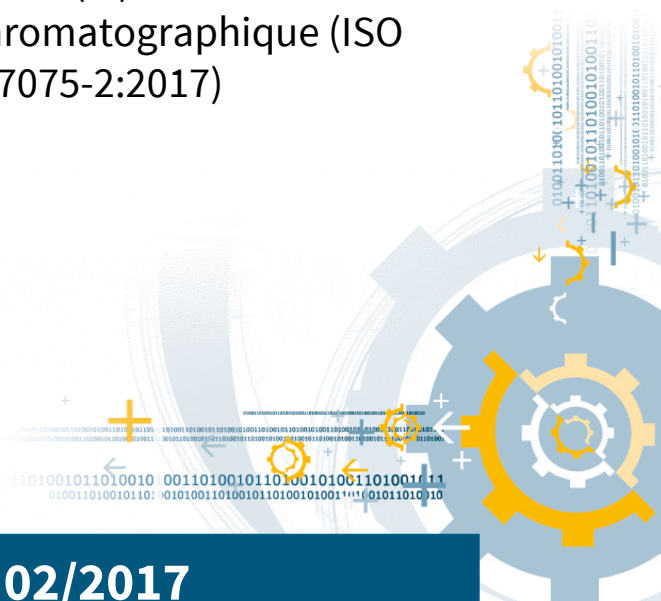
ILNAS-EN ISO 17075-2:2017

Leder - Chemische Bestimmung des Chrom(VI)-Gehalts in Leder - Teil 2: Chromatographie (ISO 17075-2:2017)

Leather - Chemical determination of
chromium(VI) content in leather - Part 2:
Chromatographic method (ISO
17075-2:2017)

Cuir - Détermination chimique de la
teneur en chrome(VI) du cuir - Partie 2:
Méthode chromatographique (ISO
17075-2:2017)

02/2017



Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm EN ISO 17075-2:2017 wurde als luxemburgische Norm ILNAS-EN ISO 17075-2:2017 übernommen.

Alle interessierten Personen, welche Mitglied einer luxemburgischen Organisation sind, können sich kostenlos an der Entwicklung von luxemburgischen (ILNAS), europäischen (CEN, CENELEC) und internationalen (ISO, IEC) Normen beteiligen:

- Inhalt der Normen beeinflussen und mitgestalten
- Künftige Entwicklungen vorhersehen
- An Sitzungen der technischen Komitees teilnehmen

<https://portail-qualite.public.lu/fr/normes-normalisation/participer-normalisation.html>

DIESES WERK IST URHEBERRECHTLICH GESCHÜTZT

Kein Teil dieser Veröffentlichung darf ohne schriftliche Einwilligung weder vervielfältigt noch in sonstiger Weise genutzt werden - sei es elektronisch, mechanisch, durch Fotokopien oder auf andere Art!

ILNAS-EN ISO 17075-2:2017

EUROPÄISCHE NORM **EN ISO 17075-2**

EUROPEAN STANDARD

NORME EUROPÉENNE

Februar 2017

ICS 59.140.30

Ersatz für EN ISO 17075:2007

Deutsche Fassung

**Leder - Chemische Bestimmung des Chrom(VI)-Gehalts in
Leder - Teil 2: Chromatographie (ISO 17075-2:2017)**

Leather - Chemical determination of chromium(VI)
content in leather - Part 2: Chromatographic method
(ISO 17075-2:2017)

Cuir - Détermination chimique de la teneur en
chrome(VI) du cuir - Partie 2: Méthode
chromatographique (ISO 17075-2:2017)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 30. Dezember 2016 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim CEN-CENELEC-Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	6
5 Chemikalien	6
6 Geräte und Materialien	7
7 Durchführung	7
7.1 Probenahme und Probenvorbereitung	7
7.2 Vorbereitung der Analysenlösung	7
7.3 Chromatographische Bedingungen	8
7.4 Kalibrierung	8
7.5 Bestimmung der Wiederfindungsrate	9
8 Berechnung und Auswertung	9
8.1 Berechnung des Chrom(VI)-Gehalts	9
8.2 Wiederfindungsrate (nach 7.5)	10
8.3 Auswertung	10
9 Prüfbericht	10
Anhang A (informativ) Präzision des Verfahrens	11
Anhang B (informativ) Chromatographische Bedingungen für das direkte Nachweisverfahren	13
B.1 Allgemeines	13
B.2 Beispiel ionenchromatographischer Bedingungen	13
B.2.1 Reagenzien der mobilen Phase	13
B.2.2 Gerätebedingungen	13
B.3 Beispiel eines Chromatogramms und UV-Spektrums, die bei der Analyse einer handelsüblichen Probe erhalten wurden	14
Anhang C (informativ) Chromatographische Bedingungen für das Verfahren mit Nachsäulenreaktion	16
C.1 Allgemeines	16
C.2 Chromatographisches System und erforderliche Geräte	16
C.3 Beispiel für Analysenbedingungen	17
C.3.1 Reagenzien der mobilen Phase und Nachsäule	17
C.3.2 Herstellung der mobilen Phase	17
C.3.3 Herstellung des Nachsäulenreagens	18
C.3.4 Gerätebedingungen	18
C.4 Beispiele für Chromatogramme	19
Anhang D (informativ) Vergleich zwischen kolorimetrischem Verfahren (ISO 17075-1) und Ionenchromatographie-Verfahren (ISO 17075-2)	21

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 17075-2:2017) wurde vom Technischen Komitee „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.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis August 2017, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis August 2017 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN ISO 17075:2007.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 17075-2:2017 wurde vom CEN als EN ISO 17075-2:2017 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 Bedeutungen 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 17075-2 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, in Übereinstimmung mit der Vereinbarung über technische Kooperation zwischen ISO und CEN (Wiener Vereinbarung) erarbeitet.

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

Diese erste Ausgabe von ISO 17075-2 ersetzt, zusammen mit ISO 17075-1, ISO 17075:2007, die technisch überarbeitet wurde.

Wesentliche Änderungen gegenüber ISO 17075:2007 sind:

- die chromatographische analytische Technik wurde aufgenommen;
- die Probenvorbereitung wurde überarbeitet;
- das mechanische Rütteln in 7.1 und 7.2 wurde überarbeitet.

Eine Liste aller Teile der Normenreihe ISO 17075 kann auf der ISO-Internetseite eingesehen werden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung des Chrom(VI)-Gehaltes in Lösungen fest, die aus Leder unter festgelegten Bedingungen extrahiert wurden. Das beschriebene Verfahren ist geeignet, den Chrom(VI)-Gehalt in Leder ab 3 mg/kg quantitativ zu bestimmen.

Dieses Dokument gilt für alle Lederarten.

Die mit dem beschriebenen Verfahren erzielten Ergebnisse sind streng von den Extraktionsbedingungen abhängig. Ergebnisse, die mit anderen Extraktionsverfahren erzielt wurden (Extraktionslösung, pH-Wert, Extraktionszeit usw.) sind nicht mit den Ergebnissen vergleichbar, die mit dem in diesem Dokument beschriebenen Verfahren erzielt wurden.

Wird eine Lederprobe sowohl nach diesem Dokument als auch nach ISO 17075-1 geprüft, werden die nach diesem Dokument erlangten Ergebnisse als Referenz angesehen. Der Vorteil des in diesem Dokument beschriebenen Verfahrens liegt darin, dass es zu keiner Beeinflussung durch die Farbe des Extrakts kommt. Allerdings zeigen Ringversuche keine wesentlichen Unterschiede (siehe Anhang D) und die Ergebnisse beider Verfahren sind vergleichbar.

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 2418, *Leather — Chemical, physical and mechanical and fastness tests — Sampling location*

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

ISO 4044:2017, *Leather — Chemical tests — Preparation of chemical test samples*

ISO 4684, *Leather — Chemical tests — Determination of volatile matter*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

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

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

3.1

Chrom(VI)-Gehalt

Gehalt an Chrom(VI) in Leder, nach Extraktion mit einer wässrigen Salzlösung bei einem pH-Wert von 7,0 bis 8,0 bestimmt

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Gehalt an Chrom(VI) wird als Chrom(VI) in Milligramm je Kilogramm (mg/kg), bezogen auf die Trockenmasse der Probe, angegeben.

4 Kurzbeschreibung

Lösliches Chrom(VI) wird aus der Probe mit Phosphatpuffer bei einem pH-Wert von 7,0 bis 8,0 extrahiert. Ein Aliquot des filtrierten Extraktes wird mit Ionenaustauschchromatographie mit UV-VIS-Detektion auf Cr(VI) untersucht.

5 Chemikalien

Alle verwendeten Reagenzien müssen mindestens von analysenreiner Qualität sein.

5.1 Extraktionslösung

22,8 g Dikaliumhydrogenphosphat, $K_2HPO_4 \cdot 3H_2O$, sind in 1 000 ml Wasser (5.7) zu lösen, mit Phosphorsäure (5.2) eingestellt auf den pH-Wert $8,0 \pm 0,1$. Diese Lösung ist entweder mit Argon, Stickstoff (5.6) oder einem Ultraschallbad zu entlüften.

Es ist gängige Praxis, täglich eine frische Lösung herzustellen. Die Lösung kann jedoch bis zu einer Woche in einem Kühlschrank bei $(4 \pm 3)^\circ C$ aufbewahrt werden, ist jedoch vor der Verwendung auf Raumtemperatur zu erwärmen und zu entlüften.

5.2 Phosphorsäurelösung

700 ml o-Phosphorsäure, $\rho = 1,71$ g/ml, auf 1 000 ml mit Wasser (5.7) aufgefüllt.

Zuerst sind etwa 200 ml deionisiertes Wasser (5.7) und anschließend 700 ml o-Phosphorsäure in einen 1 000-ml-Messkolben zu geben und bis zur Marke mit deionisiertem Wasser aufzufüllen.

5.3 Kaliumdichromat ($K_2Cr_2O_7$), (16 ± 2) h bei $(102 \pm 2)^\circ C$ getrocknet.

5.4 Chrom(VI)-Stammlösung

2,829 g Kaliumdichromat ($K_2Cr_2O_7$) (5.3) sind in Wasser (5.7) in einem Messkolben zu lösen und mit Wasser (5.7) auf 1 000 ml aufzufüllen. Ein Milliliter dieser Lösung enthält 1 mg Chrom.

Eine im Handel erhältliche Alternative ist eine Stammlösung von sechswertigem Chrom mit dieser Konzentration.

5.5 Chrom(VI)-Standardlösung

1 ml der Lösung (5.4) ist in einen 1 000-ml-Messkolben zu pipettieren und bis zur Marke mit Extraktionslösung (5.1) aufzufüllen. Ein Milliliter dieser Lösung enthält $1 \mu g$ Chrom.

Die Lösung kann bis zu einer Woche in einem Kühlschrank bei $(4 \pm 3)^\circ C$ aufbewahrt werden, ist jedoch vor der Benutzung auf Raumtemperatur zu erwärmen.

Eine im Handel erhältliche Alternative ist eine Stammlösung von sechswertigem Chrom mit dieser Konzentration.

5.6 Argon oder Stickstoff, sauerstofffrei

Argon als Inertgas sollte gegenüber Stickstoff der Vorzug gegeben werden, da Argon ein höheres spezifisches Gewicht als Luft hat.

5.7 Destilliertes oder deionisiertes Wasser, Qualität 3 nach ISO 3696.