

DIN EN 120

DIN

ICS 79.060.01

Einsprüche bis 2012-01-21
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 120:1992-08**Entwurf**

**Holzwerkstoffe –
Bestimmung des Formaldehydgehaltes –
Extraktionsverfahren (genannt Perforatormethode);
Deutsche Fassung prEN 120:2011**

Wood-based panels –
Determination of formaldehyde release –
Extraction method (called perforator method);
German version prEN 120:2011

Panneaux à base de bois –
Détermination du dégagement de formaldéhyde –
Méthode d'extraction (dite méthode au perforateur);
Version allemande prEN 120:2011

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2011-10-31 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise als Datei per E-Mail an nhm@din.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder in Papierform an den Normenausschuss Holzwirtschaft und Möbel (NHM) im DIN, 10772 Berlin (Hausanschrift: 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 20 Seiten

Normenausschuss Holzwirtschaft und Möbel (NHM) im DIN

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 112 „Holzwerkstoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Der zuständige Arbeitsausschuss im DIN ist der NA 042-02-15 AA „Spiegelausschuss zu CEN/TC 112 und ISO/TC 89 Holzwerkstoffe“ im Normenausschuss Holzwirtschaft und Möbel (NHM).

Für die in den Literaturhinweisen zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 12460-3 siehe DIN EN 717-2
ISO 12460-5 siehe DIN EN 120

Änderungen

Gegenüber DIN EN 120:1992-08 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) in 5.3 Empfehlung für die Schichtdicke der Küvetten für Proben mit niedriger Formaldehydabgabe aufgenommen;
- b) in 6.4 relative Luftfeuchte bei der Klimatisierung auf $(50 \pm 5) \%$ erhöht;
- c) in 7.1 und 8.2 Verfahren und Auswertung einer dritten Extraktion geändert;
- d) in 7.3 Genauigkeit bei der Einwaage der Prüfkörper erhöht und die Möglichkeit zur Erhöhung der Masse der Prüfkörper für Platten mit niedriger Formaldehydabgabe ergänzt;
- e) in 7.4 Genauigkeit des Blindversuchs erhöht;
- f) in 7.5.1 fluorimetrische Formaldehydbestimmung als Alternative ergänzt;
- g) in 7.5.4 Temperatur des Wasserbades auf 60 °C erhöht;
- h) in 8.2 Umrechnungsfaktoren für den Feuchtegehalt aufgenommen;
- i) Kalibrierkurve in Bild 4 modifiziert;
- j) Anhang A zur Kalibrierung und Qualitätssicherung ergänzt.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN 717-2, *Holzwerkstoffe — Bestimmung der Formaldehydabgabe — Teil 2: Formaldehydabgabe nach der Gasanalyse-Methode*

Holzwerkstoffe — Bestimmung des Formaldehydgehaltes — Extraktionsverfahren (genannt Perforatormethode)

Panneaux à base de bois — Détermination du dégagement de formaldéhyde — Méthode d'extraction (dite méthode au perforateur)

Wood-based panels — Determination of formaldehyde release — Extraction method (called perforator method)

ICS:

Deskriptoren

Inhalt	Seite
Vorwort	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Prinzip	5
4 Reagenzien	5
5 Prüfeinrichtungen	5
6 Prüfkörper	6
6.1 Allgemeines	6
6.2 Probenahme	6
6.3 Für Produktionskontrolle	7
6.4 Für andere Zwecke	7
7 Durchführung der Prüfung	7
7.1 Anzahl der Extraktionen	7
7.2 Bestimmung des Feuchtegehaltes	7
7.3 Extraktion im Perforator	7
7.4 Blindversuch	8
7.5 Formaldehydbestimmung der Extraktion	8
7.5.1 Allgemeines	8
7.5.2 Prinzip	8
7.5.3 Reagenzien	8
7.5.4 Durchführung	9
7.5.5 Kalibrierkurve	9
7.5.6 Qualitätskontrolle	10
8 Angabe der Ergebnisse	10
8.1 Feuchtegehalt	10
8.2 Perforatorwert	10
9 Prüfbericht	11
Anhang A (normativ) Überprüfung der Wirksamkeit der Perforator-Extraktion – Kalibrierung der Perforatormethode	17
Literaturhinweise	18

Vorwort

Dieses Dokument (prEN 120:2011) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 112 „Wood-based panels“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 120:1992 ersetzen.

Das Ziel der Überarbeitung war die Verbesserung der Nachweisgrenze und der Vergleichspräzision des Verfahrens im Hinblick auf Platten mit niedrigem Formaldehydgehalt.

Gegenüber EN 120:1992-08 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) in 5.3 Empfehlung für die Schichtdicke der Küvetten für Proben mit niedriger Formaldehydabgabe aufgenommen;
- b) in 6.4 relative Luftfeuchte bei der Klimatisierung auf (50 ± 5) % erhöht;
- c) in 7.1 und 8.2 Verfahren und Auswertung einer dritten Extraktion geändert;
- d) in 7.3 Genauigkeit bei der Einwaage der Prüfkörper erhöht und die Möglichkeit zur Erhöhung der Masse der Prüfkörper für Platten mit niedriger Formaldehydabgabe ergänzt;
- e) in 7.4 Genauigkeit des Blindversuchs erhöht;
- f) in 7.5.1 fluorimetrische Formaldehydbestimmung als Alternative ergänzt;
- g) in 7.5.4 Temperatur des Wasserbades auf 60 °C erhöht;
- h) in 8.2 Umrechnungsfaktoren für den Feuchtegehalt aufgenommen;
- i) Kalibrierkurve in Bild 4 modifiziert;
- j) Anhang A zur Kalibrierung und Qualitätssicherung ergänzt.

Einleitung

Der nach dem in dieser Norm beschriebenen Verfahren bestimmte „Perforatorwert“ wird als der „Formaldehydgehalt“ der geprüften Platte betrachtet.

Das Prüfergebnis muss in Relation zu dem spezifischen Plattenzustand zum Zeitpunkt der Prüfung gesehen werden.

Die Formaldehydabgabe von Holzwerkstoffen (z. B. Spanplatten, Sperrholz, Faserplatten) ist ein vielschichtiger Vorgang. Das Prüfergebnis hängt für eine gegebene Platte von ihrem Alter, den Alterungsbedingungen, dem Feuchtegehalt usw. zum Zeitpunkt der Prüfung ab.

Darüber hinaus hängt die Korrelation zwischen dem Perforatorwert und der Formaldehydabgabe des Holzwerkstoffes vom Typ der Platte ab.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Extraktionsverfahren, bekannt als „Perforatormethode“ fest. Sie wird angewendet für die Bestimmung des Formaldehydgehaltes von unbeschichteten und unlackierten Holzwerkstoffen.

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).

EN 322, *Holzwerkstoffe — Bestimmung des Feuchtegehaltes*

EN 326-1, *Holzwerkstoffe — Probenahme, Zuschnitt und Überwachung — Teil 1: Probenahme und Zuschnitt der Prüfkörper sowie Angabe der Prüfergebnisse*

3 Prinzip

Formaldehyd wird aus Prüfkörpern mit siedendem Toluol extrahiert und an destilliertes oder demineralisiertes Wasser abgegeben. Der Formaldehydgehalt dieser wässrigen Lösung wird photometrisch nach der Acetylaceton-Methode bestimmt.

4 Reagenzien

Für die Analyse müssen Reagenzien von analysereiner Qualität und destilliertes oder demineralisiertes Wasser verwendet werden.

4.1 Toluol, frei von Wasser und Verunreinigungen, die bei der Prüfung stören könnten.

4.2 Acetylaceton, von analysereiner Qualität.

4.3 Ammoniumacetat, von analysereiner Qualität.

4.4 Formaldehyd-Lösung

Handelsübliche Formaldehyd-Lösung (Konzentration üblicherweise zwischen 30 % und 40 %)

ANMERKUNG Im Handel erhältliche vorbereitete Lösungen dürfen verwendet werden, wenn ein gleiches Ergebnis erzielt wird.

5 Prüfeinrichtungen

5.1 Präzisionswaage, mit 0,001 g Skalenteilungswert.

5.2 Gut belüfteter Wärmeschrank, der in der Lage ist, eine Temperatur von $(103 \pm 2) ^\circ\text{C}$ zu halten.

5.3 Spektrophotometer, geeignet zur Messung der Absorption bei 412 nm. Küvetten mit einer Schichtdicke von 50 mm werden empfohlen insbesondere für Proben mit niedriger Formaldehydabgabe.

5.4 Extraktionsgerät

Das Gerät besteht aus:

- Dimrothkühler, Gesamtlänge etwa 400 mm, Kern 45/40, Hülse 29/32 (Positionsnummer 2);
- konisches Verbindungselement, Hülse 45/40, Kern 71/51 (Positionsnummer 3);
- Einsatzfilter, Porosität P 160 (100 pm bis 160 pm), Napf- und Filterdurchmesser 60 mm (Positionsnummer 4);
- Perforatoraufsatz, 1 000 ml mit Ablasshahn (4-mm-Bohrung), Hülse 71/51, Kern 29/32 (Positionsnummer 5);

- konisches Verbindungselement, Hülse 29/32, Kern 45/40 (Positionsnummer 8);
- 1 000-ml-Rundkolben, Hülse 45/40 (Positionsnummer 9);
- (Doppel)kugelrohr, Kern 29/32 (Länge etwa 380 mm), Außendurchmesser etwa 10 mm, Kugeldurchmesser etwa 50 mm, Abstand zwischen der Kugel und dem unteren Ende des Rohres etwa 200 mm (Abstand zwischen den Kugeln etwa 50 mm) (Positionsnummer 6);
- Vorlage (z. B. Erlenmeyer-Kolben 250 ml) (Positionsnummer 7).

ANMERKUNG 1 Die Positionsnummern sind in Bild 1 angegeben.

ANMERKUNG 2 Dauerhafte PTFE-Dichtungen sollten gegenüber Abdichtungen mit Paraffin oder Silikonfett bevorzugt werden.

5.5 Laborgeräte

- Messkolben, 2 000 ml, kalibriert bei 20 °C;
- Erlenmeyer-Kolben, 250 ml;
- Präzisionsbürette, 50 ml, kalibriert bei 20 °C;
- Uhrglas mit einem Durchmesser von etwa 120 mm;
- Zwei Messkolben, 1 000 ml, kalibriert bei 20 °C;
- Sechs Messkolben, 100 ml, kalibriert bei 20 °C;
- Vollpipette oder automatische/digitale Pipette, 100 ml, kalibriert bei 20 °C;
- Vollpipette oder automatische/digitale Pipette, 25 ml, kalibriert bei 20 °C;
- Vollpipetten (kalibriert bei 20 °C), 1 ml, 2 ml, 5 ml, 10 ml, 15 ml, 20 ml, 25 ml, 50 ml, 100 ml;
- Drei Vollpipetten oder automatische/digitale Pipetten, 10 ml, kalibriert bei 20 °C;
- Flaschen (mit Stopfen), 50 ml;
- Zwei Messzylinder, 250 ml;
- Wasserbad;
- Exsikkator.

6 Prüfkörper

6.1 Allgemeines

Die Probenahme und der Zuschnitt der Prüfkörper erfolgen nach EN 326-1.

6.2 Probenahme

6.2.1 Die Prüfkörper sind gleichmäßig verteilt über die Breite der (abgekühlten) Platte zu entnehmen, aber nicht aus einem Randbereich von 500 mm Breite an einer Stirnseite der Platte.

6.2.2 Aus einer Platte sind 12 Prüfkörper von 25 mm × 25 mm × Dicke für die Bestimmung des Feuchtegehalts und eine ausreichende Anzahl von Prüfkörpern mit denselben Maßen zu entnehmen, um annähernd 500 g der Platte für die Extraktion durch die Perforatormethode zu erhalten.

6.3 Für Produktionskontrolle

Bei Anwendung dieses Verfahrens für die Produktionskontrolle wird die für die Probenahme gezogene Platte sofort nach Abkühlung zugeschnitten. Die aus der Platte entnommenen Prüfkörper sind luftdicht bei Umgebungstemperatur aufzubewahren.

Die Formaldehydbestimmung sollte nicht später als 72 h nach der Probenahme durchgeführt werden.

6.4 Für andere Zwecke

Bei Anwendung dieses Verfahrens für andere Zwecke, z. B. für bereits eingebaute Platten, sind die für die Probenahme, Vorbereitung und Klimatisierung der Prüfkörper gewählten Verfahren, die das erzielte Ergebnis beeinflussen, zwischen den Parteien zu vereinbaren und im Prüfbericht anzugeben.

Wenn nichts anderes vereinbart ist, sind die Prüfkörper bis zur Massekonstanz bei einer Temperatur von $(23 \pm 1) ^\circ\text{C}$ und einer relativen Luftfeuchte von $(50 \pm 5) ^\circ\text{C}$ zu klimatisieren.

Die Massekonstanz gilt als erreicht, wenn die Ergebnisse von zwei im Abstand von mindestens 24 h aufeinanderfolgenden Messungen um nicht mehr als 0,1 % der Prüfkörpermasse voneinander abweichen.

Eine Kontamination der Prüfkörper durch andere Formaldehydquellen während der Klimatisierung muss vermieden werden.

7 Durchführung der Prüfung

7.1 Anzahl der Extraktionen

Es sind Doppelextraktionen durchzuführen.

ANMERKUNG Für interne Routineuntersuchungen können Einzelextraktionen genügen.

Die Einzelwerte einer Doppelextraktion dürfen höchstens 0,5 mg/100 g voneinander abweichen, andernfalls ist eine dritte Extraktion vorzunehmen.

7.2 Bestimmung des Feuchtegehaltes

Der Feuchtegehalt wird nach EN 322 bestimmt.

Der Feuchtegehalt wird an zwei Stichproben von je mindestens 4 Prüfkörpern (25 mm × 25 mm) bestimmt.

Auf dem Uhrglas (5.5) wird die Probe auf 0,1 g gewogen (5.1) und im Wärmeschrank (5.2) bei $(103 \pm 2) ^\circ\text{C}$ bis zur Massekonstanz (etwa 12 h) getrocknet.

Die Massekonstanz gilt als erreicht, wenn die Ergebnisse von zwei im Abstand von mindestens 6 h aufeinanderfolgenden Messungen um nicht mehr als 0,1 % der Prüfkörpermasse voneinander abweichen.

Nach der Entnahme aus dem Wärmeschrank müssen die Prüfkörper bis zur Wägung in einem Exsikkator abkühlen.

7.3 Extraktion im Perforator

Vor Gebrauch des Gerätes ist das Steigrohr des Perforatoraufsatzes thermisch zu isolieren, damit ein Kreislauf des Toluols zustande kommt.

Etwa 110 g Prüfkörper werden auf 0,1 g gewogen und in einen Rundkolben eingebracht (5.4). Dazu werden 600 ml Toluol (4.1) gegeben. Etwa 1 000 ml destilliertes Wasser wird in den Perforatoraufsatz gegossen, wobei ein Zwischenraum von 20 mm bis 30 mm zwischen der Oberfläche des Wassers und der Abflussöffnung des Siphons sein muss. Anschließend wird der Rundkolben an den Perforator angeschlossen. Dann werden der Kondensator und die Gasabsorptionsvorrichtung angeschlossen. Die Vorlage der Gasabsorptionsvorrichtung (5.4) wird mit etwa 100 ml destilliertem Wasser gefüllt und an das Gerät angeschlossen.

ANMERKUNG Bei Platten mit niedrigem Formaldehydgehalt kann die Masse der Prüfkörper auf 200 g erhöht werden, vorausgesetzt die Rohdichte der Probe erlaubt eine solche Erhöhung.

Nach dem Zusammenbau des Gerätes werden Kühlung und Heizung eingeschaltet.

Während der gesamten Extraktionszeit muss ein regelmäßiger Toluolrücklauf mit einem Rückfluss von 70 Tropfen bis 90 Tropfen je Minute vorhanden sein.

Es muss darauf geachtet werden, dass kein Wasser aus dem Absorptionskolben (Positionsnummer 7) in andere Teile des Extraktionsgerätes zurückfließen kann.

Die Extraktion wird (120 ± 5) min durchgeführt, gerechnet von dem Zeitpunkt an, an dem die ersten Blasen durch den Filtereinsatz gehen. Die Heizung muss so eingestellt sein, dass dieser Zeitpunkt zwischen 20 min und 30 min nach dem Einschalten der Heizung liegt.

Nach diesen 120 min wird die Heizung abgeschaltet und die Gasabsorptionsvorrichtung entfernt.

Das im Perforator enthaltene Wasser wird nach Abkühlung auf Umgebungstemperatur mit Hilfe des Ablasshahnes in den Messkolben überführt. Der Perforator wird zweimal mit je 200 ml destilliertem Wasser gespült. Das Spülwasser wird in den Messkolben geschüttet und das Toluol verworfen. Das in der Vorlage der Gasabsorptionsvorrichtung enthaltene Wasser wird in den Kolben gegossen. Das Volumen des im Kolben enthaltenen Wassers wird mit destilliertem Wasser auf 2 000 ml aufgefüllt.

7.4 Blindversuch

Der Versuch muss ohne Prüfkörper mit frischem Toluol aus derselben Lieferung, die für die Extraktion verwendet wurde, wiederholt werden.

Durch diesen Versuch wird die Qualität des Toluols überprüft. Bei einem Blindwert von mehr als 0,2 mg/600 ml Toluol darf das Toluol nicht verwendet werden.

7.5 Formaldehydbestimmung der Extraktion

7.5.1 Allgemeines

Der Formaldehydgehalt des Wasserextraktes wird photometrisch nach dem Acetylaceton-Verfahren bestimmt.

ANMERKUNG Alternativ kann auch eine fluorimetrische Bestimmung verwendet werden.

7.5.2 Prinzip

Die Bestimmung basiert auf der sogenannten Handtz'schen Reaktion, bei welcher Formaldehyd in wässriger Lösung mit Ammoniumionen und Acetylaceton zu Diacetyldihydrolutidin (DDL) reagiert. DDL hat ein Absorptionsmaximum von 412 nm. Die Reaktion ist spezifisch für Formaldehyd.

ANMERKUNG Andere geeignete photometrische Verfahren dürfen ebenfalls angewendet werden.

7.5.3 Reagenzien

7.5.3.1 Acetylaceton-Lösung

4 ml Acetylaceton werden in einen 1 000-ml-Messkolben gegeben, in destilliertem Wasser gelöst und bis zur Markierung mit destilliertem Wasser aufgefüllt.

7.5.3.2 Ammoniumacetat-Lösung

200 g Ammoniumacetat werden in einem 1 000-ml-Messkolben gegeben, in destilliertem Wasser gelöst und bis zur Markierung mit destilliertem Wasser aufgefüllt.

ANMERKUNG Alternativ darf ein bereits gemischtes Reagenz aus Acetylaceton und Ammoniumacetat, wie in ISO 12460-4:2008, 4.1, beschrieben, verwendet werden.

7.5.4 Durchführung

10 ml der wässrigen Extraktionslösung (7.3) werden mit einer Pipette entnommen und in einer 50-ml-Flasche mit 10 ml Acetylaceton-Lösung (7.5.3.1) und 10 ml Ammoniumaceton-Lösung (7.5.3.2) versetzt. Die Flasche wird verschlossen, geschüttelt und 10 min in einem Wasserbad von 60 °C erwärmt. Diese dann grünlich-gelbe Lösung wird abgekühlt auf Umgebungstemperatur, geschützt vor dem Einfluss von Licht (etwa 1 h). Die Absorption dieser Lösung wird bei einer Wellenlänge von 412 nm gegen destilliertes Wasser mit einem Spektrophotometer (5.3) bestimmt. Ein Blindwert wird parallel mit destilliertem Wasser bestimmt und bei der Berechnung des Perforatorwertes (8.2) berücksichtigt.

ANMERKUNG Wenn geringere Mengen der Lösungen mit dem gleichem Verhältnis der Reagenzien verwendet werden, z. B. bei der Verwendung von automatischen/digitalen Pipetten, dann sollte sichergestellt werden, dass eine genügend große Menge Lösung für die spektrophotometrische Analyse zur Verfügung steht. Außerdem sollte berücksichtigt werden, dass Messfehler dabei einen verstärkten Einfluss auf das Ergebnis haben können.

7.5.5 Kalibrierkurve

Die Kalibrierkurve (siehe Bild 4) wird mittels einer Formaldehyd-Standardlösung erstellt, deren Konzentration durch iodometrische Titration bestimmt wurde. Die Kalibrierkurve muss mindestens einmal je Woche überprüft werden.

7.5.5.1 Formaldehyd-Standardlösung

Reagenzien:

— Iodlösung	$c(I_2)$	= 0,05	mol/l
— Natriumthiosulfatlösung	$c(Na_2S_2O_3)$	= 0,1	mol/l
— Natronlaugelösung	$c(NaOH)$	= 1	mol/l
— Schwefelsäurelösung	$c(H_2SO_4)$	= 1	mol/l
— Stärkelösung		= 1 %	

Der Titer der Lösungen muss vor Gebrauch überprüft werden.

Etwa 2,5 g Formaldehydlösung (Konzentration 35 % bis 40 %) werden in einem 1 000-ml-Messkolben in destilliertem Wasser gelöst und bis zur Markierung aufgefüllt. Die exakte Formaldehydkonzentration wird wie folgt bestimmt.

20 ml der Formaldehyd-Standardlösung werden mit 25 ml Iodlösung und 10 ml Natronlauge gemischt. Der Mischung werden, nach 15 min Standzeit unter Lichtverschluss, 15 ml Schwefelsäurelösung hinzugefügt. Das überschüssige Iod wird mit der Thiosulfatlösung zurücktitriert. Am Ende der Titration werden einige Tropfen Stärkelösung als Indikator zugegeben. Ein Blindversuch wird mit 20 ml destilliertem Wasser parallel durchgeführt.

Der Formaldehydgehalt wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$c(HCHO) = (V_0 - V) \times 15 [c(Na_2S_2O_3)] \times 1000 / 20 \quad (1)$$

Dabei ist

$c(HCHO)$ die Formaldehydkonzentration, in Milligramm je Liter (mg/l);

$c(Na_2S_2O_3)$ die Konzentration der Thiosulfatlösung, in Mol je Liter (mol/l);

V_0 das Volumen der Thiosulfatlösung für den Blindversuch, in Milliliter (ml);

V das Volumen an Thiosulfatlösung für die Prüfung, in Milliliter (ml).

ANMERKUNG 1 ml 0,1 mol/l Thiosulfatlösung entspricht 1 ml 0,05 mol/l Iodlösung und 1,5 mg Formaldehyd.

7.5.5.2 Formaldehyd-Kalibrierlösung

Von der Formaldehyd-Standardlösung, bestimmt unter 7.5.5.1, wird ein Volumen, welches 15 mg Formaldehyd enthält, mit einer Mikrobürette in einen 1 000-ml-Messkolben abpipettiert und mit destilliertem Wasser bis zur Markierung aufgefüllt. 1 ml dieser Kalibrierlösung enthält 15 µg Formaldehyd.

7.5.5.3 Bestimmung der Kalibrierkurve

Von der Formaldehyd-Kalibrierlösung (siehe 7.5.5.2) werden 0, 1, 2, 5, 10, 20, 50 oder 100 ml in je einen 100-ml-Messkolben abpipettiert und mit destilliertem Wasser bis zur Markierung aufgefüllt. 10 ml jeder Verdünnung werden mit dem gleichen Verfahren wie unter 7.5.4 beschrieben, photometrisch analysiert. Die Extinktionen werden gegen die Formaldehydkonzentration c (zwischen 0 und 0,015 mg/ml) grafisch aufgetragen und die Steigung f wird berechnet (siehe Beispiel in Bild 2).

7.5.6 Qualitätskontrolle

Es wird empfohlen, mindestens zweimal im Jahr oder nachdem die Perforator-Vorrichtung komplett zerlegt worden ist, die Wirksamkeit der Perforator-Extraktion zu überprüfen. Ein Verfahren hierfür ist im Anhang A dargestellt.

8 Angabe der Ergebnisse

8.1 Feuchtegehalt

Der Feuchtegehalt H in Prozent der Masse des Holzwerkstoffes ergibt sich aus der folgenden Gleichung:

$$H = \frac{m_1 - m_0}{m_0} \cdot 100 \quad (2)$$

Dabei ist

m_1 die Masse der Prüfkörper vor dem Trocknen, in Gramm (g);

m_0 die Masse der Prüfkörper nach dem Trocknen, in Gramm (g).

8.2 Perforatorwert

Der Formaldehydgehalt, bekannt als „Perforatorwert“, wird in mg Formaldehyd/100 g atro Platte ausgedrückt und nach folgender Gleichung errechnet:

$$\text{Perforatorwert} = \frac{(A_s - A_b) \cdot f \cdot (100 + H) \cdot V}{m_H} \text{ mg/100 g atro Platte} \quad (3)$$

Dabei ist

A_s die Extinktion der analysierten Extraktionslösung;

A_b die Extinktion der Analyse mit destilliertem oder demineralisiertem Wasser;

f der Steigungsfaktor der Kalibrierfunktion, in Milligramm je Milliliter (mg/ml);

H der Feuchtegehalt des Holzwerkstoffes, in Prozent (%);

m_H die Masse der Prüfkörper, in Gramm (g);

V das Volumen des Messkolbens (2 000 ml).

Der Perforatorwert von Holzwerkstoffen ist der Mittelwert der Ergebnisse von zwei Extraktionen.

Wenn eine dritte Extraktion vorgenommen wurde (siehe 7.1), wird das Ergebnis mit der größten Abweichung verworfen.

Die Ergebnisse sind auf eine Dezimalstelle anzugeben.

Die Perforatorwerte für Spanplatten, OSB und MDF gelten für Holzwerkstoffe, die auf einen Feuchtegehalt von 6,5 % klimatisiert worden sind. Bei Spanplatten, OSB und MDF mit einem anderen Feuchtegehalt ist der Perforatorwert mit einem Faktor F zu multiplizieren.

Bei Spanplatten und Platten mit langen, flachen, ausgerichteten Spänen (OSB) mit einem anderen Feuchtegehalt (im Bereich vom 3 % $\leq H \leq$ 10 %) ist der Perforatorwert mit einem Faktor F zu multiplizieren, der mit der folgenden Gleichung berechnet wird:

$$F = -0,133 H + 1,86$$

Bei Faserplatten nach dem Trockenverfahren (MDF) mit einem anderen Feuchtegehalt ist der Perforatorwert mit einem Faktor F zu multiplizieren, der mit den folgenden Gleichungen berechnet wird:

Bei Platten mit Feuchtegehalten im Bereich von 4 % $\leq H \leq$ 9 %:

$$F = -0,133 H + 1,86$$

Bei Platten mit Feuchtegehalten $H < 4$ % und $H > 9$ %:

$$F = 0,636 + 3,12 e^{(-0,346 H)}$$

9 Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Norm folgende Informationen zu geben, falls bekannt:

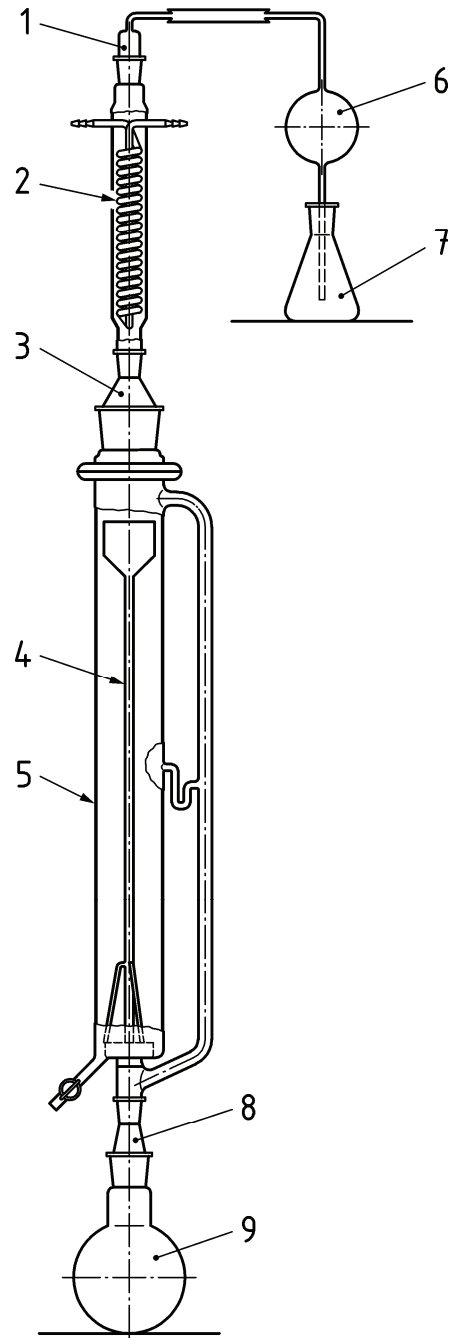
- Herkunft der Platten;
- Ort, Lage¹⁾ und Zustand²⁾ der Platten zum Zeitpunkt der Probenahme, insbesondere der Feuchtegehalt;
- Plattentyp;
- Plattendicke (mm);
- Rohdichte der Platte (kg/m³);
- Datum der Herstellung der Platte;
- Datum der Probenahme;

1) Z. B.: Herstellwerk usw.; im Falle von installierten Platten: Decke, Boden, Wand usw.

2) Z. B. Feuchtegehalt, Oberflächenbeschichtung, Endbehandlung.

- Informationen über die Platte wie Fertigstellung, Schleifzustand usw.;
- Datum der Formaldehydbestimmung;
- Feuchtegehalt (%) zum Zeitpunkt der Prüfung (entsprechend 7.2);
- Perforatorwert (mg Formaldehyd/100 g atro Platte) (Einzelwerte jeder Extraktion und Mittelwert);
- Beschreibung von weiteren Einzelheiten³⁾

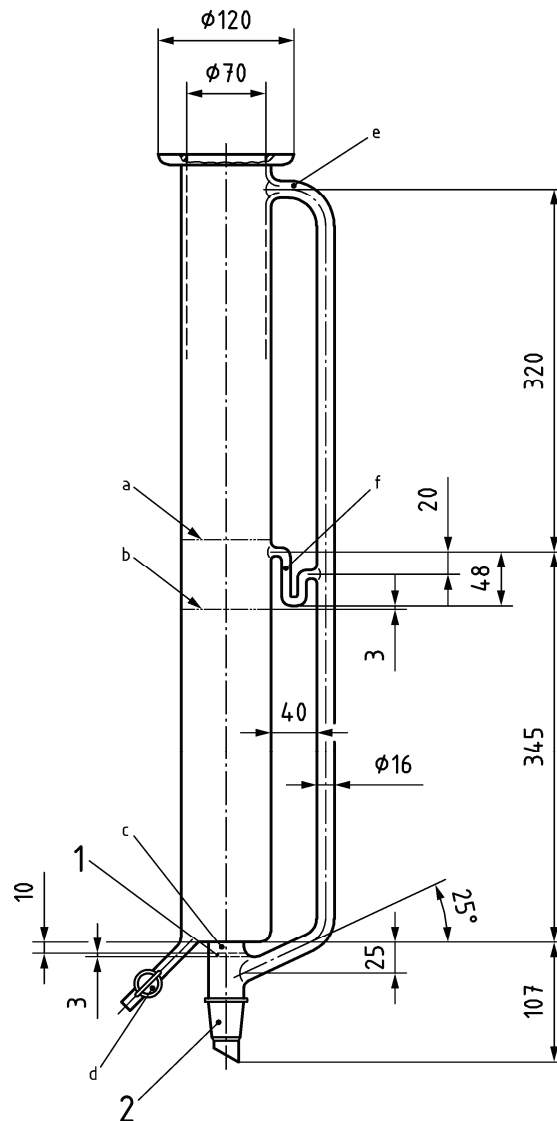
3) Bericht über alle Vorgänge, die nicht in Übereinstimmung mit dieser Norm sind (Entnahme der Probekörper, Klimatisierung usw.).



Legende

- | | | | |
|---|---|---|---|
| 1 | Konische Verbindungselemente 29/32 | 6 | Kugelrohr (Doppel) |
| 2 | Dimrothkühler | 7 | Erlenmeyerkolben, 250 ml |
| 3 | Konisches Verbindungselement, Hülse 45/40, Kern 71/51 | 8 | Konisches Verbindungselement, Hülse 29/32, Kern 45/40 |
| 4 | Einsatzfilter | 9 | Rundkolben, 1 000 ml, Hülse 45/40 |
| 5 | Perforatoraufsatz | | |

Bild 1 — Extraktionsgerät

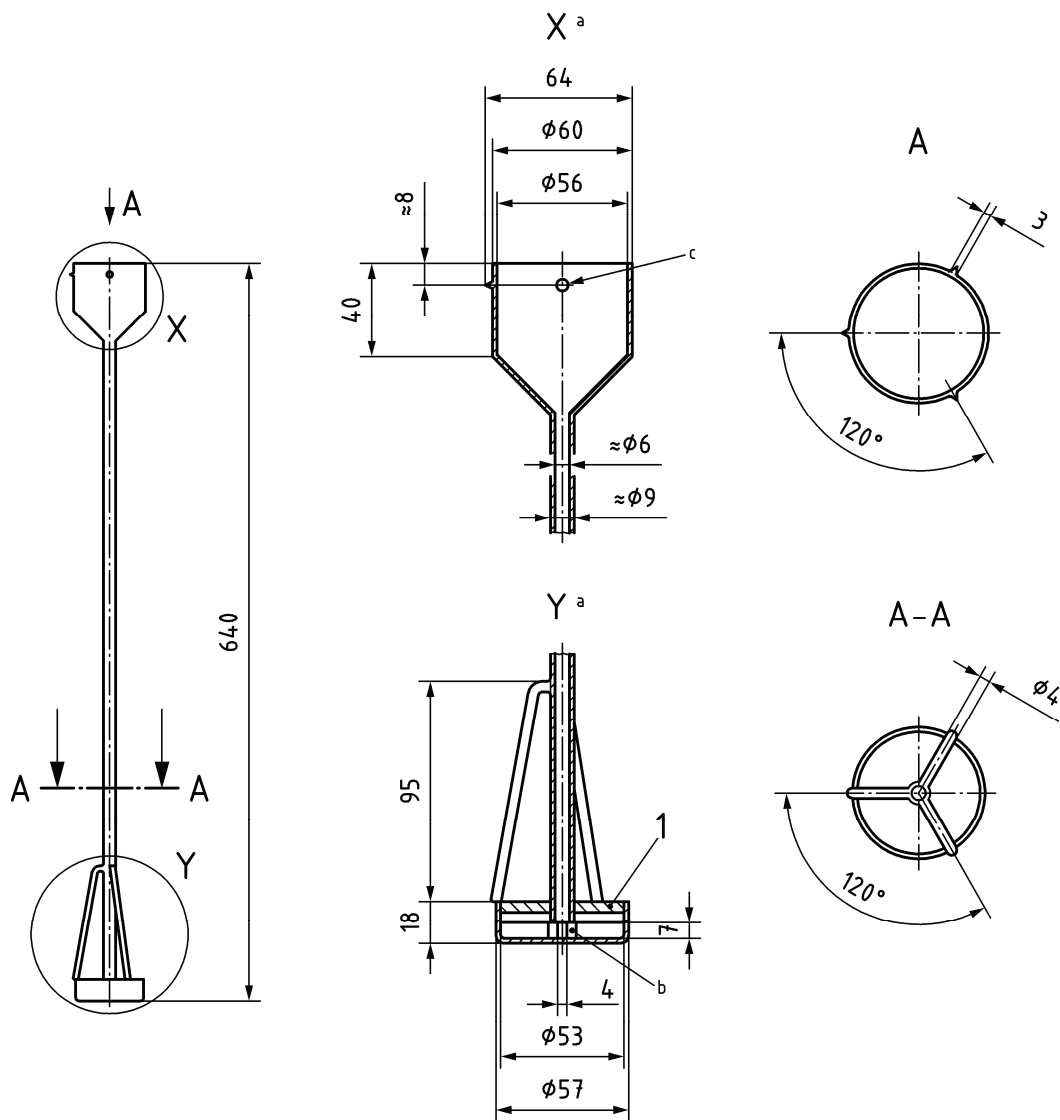


Legende

- | | |
|----------------------|--|
| 1 Blindplatte | c Zwei Bohrungen, Ø 4 mm, gegenüberliegend |
| 2 Kern 29/32 | d Ablasshahn mit Bohrung, Ø 4 mm |
| a Toluolspiegel | e Steigrohr |
| b Wasserspiegel max. | f Siphon, Ø 8 mm |

Bild 2 — Perforatoraufsatz

Maße in Millimeter

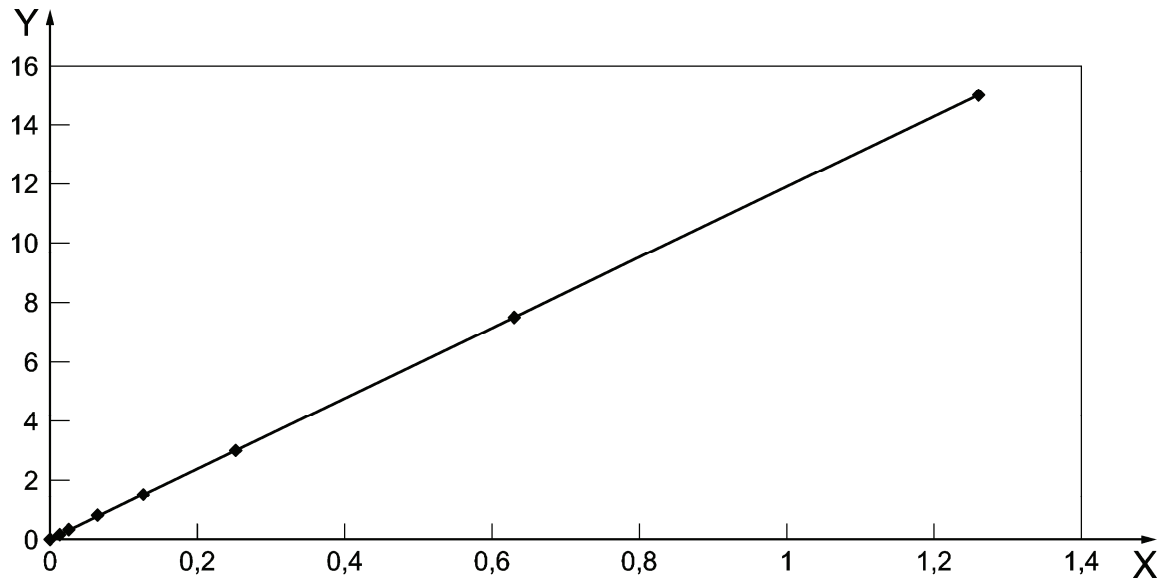


Legende

- 1 Glasfilter (Porosität P160)
- a Einzelheit (Schnitt)

- b Zwei Stützstäbe \varnothing 4 mm
- c Zwei Bohrungen \varnothing 5 mm

Bild 3 — Einsatzfilter



$$c = f \cdot (A_s - A_b)$$

Legende

X Extinktion $A_s - A_b$

Y Konzentration der verdünnten Kalibrierlösung [10^{-3} mg/ml]

Bild 4 — Beispiel einer Kalibrierkurve zur Formaldehydbestimmung nach dem Acetylaceton-Verfahren (Schichtdicke 50 mm)

Anhang A (normativ)

Überprüfung der Wirksamkeit der Perforator-Extraktion – Kalibrierung der Perforatormethode

- Ungefähr 1 g Formaldehydlösung (Konzentration 35 % bis 40 %) werden in einem 1 000 ml-Messkolben gelöst (C_0 -Lösung).
- 520 g Toluol (ungefähr 600 ml) werden in einen Rundkolben eingewogen.
- 20,0 ml der Formaldehydlösung (C_0) werden mit einer Präzisionspipette in den Rundkolben der Perforator-Vorrichtung gegeben.
- 20,0 ml der Formaldehydlösung (C_0) werden in einen 2 000 ml-Messkolben gegeben. Der Messkolben wird dann bis zur Markierung mit destilliertem Wasser aufgefüllt (C_1 -Lösung).
- Ungefähr 1 000 ml destilliertes Wasser werden in den Perforator-Aufsatz gefüllt, wobei ein Zwischenraum von ungefähr 50 mm zwischen der Oberfläche des Wassers und der Abflussöffnung sein muss.
- Der Rundkolben wird an den Perforator angeschlossen.
- Die Prüfung wird nach dem üblichen Verfahren nach EN 120 durchgeführt. Am Ende der Prüfung wird das Wasser in einen 2 000 ml-Messkolben überführt, der Perforator wird sorgfältig mit destilliertem Wasser gespült, der Messkolben wird mit destilliertem Wasser auf 2 000 ml aufgefüllt (C_2 -Lösung).
- Die Konzentration der beiden Lösungen wird nach dem Acetylaceton-Verfahren nach EN 120 bestimmt.
- Die Wirksamkeit der Extraktion EE in Prozent (%) wird folgendermaßen berechnet: $EE = 100 \times C_2/C_1$

ANMERKUNG 1 Eine annehmbare Wirksamkeit ist höher als 98 %.

ANMERKUNG 2 Der Wert der Wirksamkeit der Perforator-Extraktion hängt von der Genauigkeit sowohl der Herstellung der Formaldehydlösung als auch von der Analyse ab. Deshalb können Werte über 100 % auftreten.

Literaturhinweise

ISO 12460-1, *Wood-based panels — Determination of formaldehyde release — Part 1: Formaldehyde emission by the 1-cubic-metre chamber method*

ISO 12460-3, *Wood-based panels — Determination of formaldehyde release — Part 3: Gas analysis method*

ISO 12460-4, *Wood-based panels — Determination of formaldehyde release — Part 4: Desiccator method*

ISO 12460-5, *Wood-based panels — Determination of formaldehyde release — Part 5: Extraction method (called the perforator method)*