

DIN EN ISO 23161

ICS 13.080.10

Ersatz für
DIN EN ISO 23161:2011-10

**Bodenbeschaffenheit –
Bestimmung ausgewählter Organozinnverbindungen –
Gaschromatographisches Verfahren (ISO 23161:2018);
Deutsche Fassung EN ISO 23161:2018**

Soil quality –
Determination of selected organotin compounds –
Gas-chromatographic method (ISO 23161:2018);
German version EN ISO 23161:2018

Qualité du sol –
Dosage d'une sélection de composés organostanniques –
Méthode par chromatographie en phase gazeuse (ISO 23161:2018);
Version allemande EN ISO 23161:2018

Gesamtumfang 47 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 23161:2018) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190 „Soil quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 444 „Prüfverfahren für die umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitskreis NA 119-01-02-02-05 AK „Organische Analytik“ des Unterausschusses NA 119-01-02-02 UA „Chemische und physikalische Verfahren“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

Es ist erforderlich, bei den Arbeiten nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

Diese Norm enthält neben den gesetzlichen Einheiten auch die Einheit „psi“, die im Deutschen Normenwerk nicht zugelassen ist. Es wird auch ausdrücklich darauf hingewiesen, dass die Anwendung dieser Einheit im nationalen amtlichen und geschäftlichen Verkehr aufgrund des Gesetzes über Einheiten im Messwesen nicht zulässig ist.

Umrechnung:

$$1 \text{ psi} = 6\,894,757 \text{ Pa} = 0,068\,947\,57 \text{ bar}$$

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 3696	siehe DIN ISO 3696
ISO 5667-13	siehe DIN EN ISO 5667-13
ISO 5725-2	siehe DIN ISO 5725-2
ISO 16720	siehe DIN EN ISO 16720
ISO 22892	siehe DIN EN ISO 22892

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 23161:2011-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Tabelle 2 und eine Anmerkung aus dem Anwendungsbereich in Abschnitt 4 „Kurzbeschreibung“ verschoben;
- b) Abschnitt 2 „Normative Verweisungen“ und Literaturhinweise aktualisiert;
- c) Angaben zur Lagerung und zum pH-Wert in Abschnitt 7 „Verfahren“ überarbeitet;
- d) Norm redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN EN ISO 23161: 2011-10

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 5667-13, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 13: Anleitung zur Probenahme von Schlämmen*

DIN EN ISO 16720, *Bodenbeschaffenheit — Vorbehandlung von Proben durch Gefriertrocknung für die anschließende Analyse*

DIN EN ISO 22892, *Bodenbeschaffenheit — Anleitungen für die Identifizierung von Zielverbindungen durch Gaschromatographie und Massenspektrometrie*

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

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

— Leerseite —

Deutsche Fassung

**Bodenbeschaffenheit —
Bestimmung ausgewählter Organozinnverbindungen —
Gaschromatographisches Verfahren
(ISO 23161:2018)**

Soil quality —
Determination of selected organotin compounds —
Gas-chromatographic method
(ISO 23161:2018)

Qualité du sol —
Dosage d'une sélection de composés
organostanniques —
Méthode par chromatographie en phase gazeuse
(ISO 23161:2018)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 31. August 2018 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: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	7
5 Reagenzien	9
5.1 Allgemeines	9
5.2 Chemikalien	9
5.3 Standards	10
5.4 Herstellung der Reagenzien und Lösungen	11
5.5 Reinigung	12
6 Geräte	13
6.1 Allgemeine Anforderungen an Glasgeräte	13
6.2 Probenahmegeräte	13
6.3 Weitere Geräte	13
7 Verfahren	14
7.1 Probenahme und Probenvorbehandlung	14
7.2 Probenextraktion	15
7.3 Reinigung des Extraktes	16
7.4 Bestimmung der Trockenmasse	17
7.5 Messung	17
8 Kalibrierung	18
9 Wiederfindungsraten der Verbindungen des internen Standards	19
10 Quantifizierung	20
11 Angabe der Ergebnisse	20
12 Verfahrenskennndaten	20
13 Analysenbericht	21
Anhang A (informativ) Information zum Verfahren	22
Anhang B (informativ) Zusätzliche Reinigungsverfahren	24
Anhang C (informativ) Informationen über typische gerätetechnische Bedingungen	27
Anhang D (informativ) Informationen zur GC-MS-Identifizierung	38
Anhang E (informativ) Verfahrenskennndaten	40
Literaturhinweise	43

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 23161:2018) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190 „Soil quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 444 „Prüfverfahren für die umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Mai 2019, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Mai 2019 zurückgezogen werden.

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

Dieses Dokument ersetzt EN ISO 23161:2011.

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 23161:2018 wurde von CEN als EN ISO 23161:2018 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (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 Themen 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.

Eine Erläuterung zum freiwilligen Charakter von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde von dem technischen Komitee ISO/TC 190, *Soil quality*, Unterkomitee SC 3, *Chemical methods and soil characteristics* erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 23161:2009), welche technisch überarbeitet wurde.

Folgende wesentliche Änderungen wurden gegenüber der früheren Ausgabe vorgenommen:

- Anmerkung zu Abschnitt 1 (in normalen Text umgewandelt) und Tabelle 2 wurden in Abschnitt 4 verschoben;
- im Abschnitt 4 wurde die ursprüngliche Anmerkung 4 vor Anmerkung 1 verschoben und als normaler Text formuliert;
- weitere Verfahren der Vorbereitung im Abschnitt 4 und 7.1 sind zulässig
- in Unterabschnitt 5.5.5 wurde der ursprüngliche zweite Satz als Anmerkung formuliert;
- Lagerbedingungen wurden in Übereinstimmung mit ISO 5667-15 geändert;
- die Literaturhinweise wurden aktualisiert.

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.

WARNUNG — Anwender dieses Dokuments sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Dieses Dokument gibt nicht vor, alle unter Umständen mit der Anwendung des Verfahrens verbundenen Sicherheitsaspekte anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Arbeitgebers, angemessene Sicherheits- und Schutzmaßnahmen zu treffen.

WICHTIG — Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach diesem Dokument Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten. Es kann festgestellt werden ob, und in welchem Umfang, besondere Probleme die Festlegung zusätzlicher Randbedingungen erforderlich machen.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur gaschromatographischen Identifizierung und Quantifizierung von Organozinnverbindungen (OZVs) in Böden, wie in Tabelle 1 angegeben, fest.

Dieses Dokument ist ebenfalls auf Proben von Sedimenten, Schlämmen und Abfällen (bodenähnliche Materialien) anwendbar.

Der Arbeitsbereich ist von dem angewendeten Nachweisverfahren und der für die Untersuchung genommenen Probemenge abhängig.

Die Bestimmungsgrenze der Einzelverbindungen ist etwa 10 µg/kg.

Tabelle 1 — Organozinnverbindungen

$R_n\text{Sn}^{(4-n)+}$	R	n	Name	Abkürzung
Organozinnkationen^a				
BuSn^{3+}	Butyl	1	Monobutylzinnkation	MBT
$\text{Bu}_2\text{Sn}^{2+}$	Butyl	2	Dibutylzinnkation	DBT
Bu_3Sn^+	Butyl	3	Tributylzinnkation	TBT
OcSn^{3+}	Octyl	1	Monooctylzinnkation	MOT
$\text{Oc}_2\text{Sn}^{2+}$	Octyl	2	Diocetylzinnkation	DOT
Ph_3Sn^+	Phenyl	3	Triphenylzinnkation	TPhT
Cy_3Sn^+	Cyclohexyl	3	Tricyclohexylzinnkation	TCyT
Peralkyliertes Organozinn				
Bu_4Sn	Butyl	4	Tetrabutylzinn	TTBT
^a Organozinnverbindungen werden nach Derivatisierung gemessen.				

Organozinnkationen können in Übereinstimmung mit diesem Dokument nur nach der Derivatisierung bestimmt werden. Der an das Organozinnkation gebundene anionische Teil ist vor allem von dem chemischen Umfeld abhängig und wird mit diesem Verfahren nicht bestimmt. Die peralkylierten Organozinnverbindungen verhalten sich anders als ihre Ausgangsverbindungen. Tetraalkylierte Organozinnverbindungen, die bereits peralkyliert sind, wie z. B. Tetrabutylzinn werden ohne Derivatisierung direkt bestimmt.

Die Eigenschaften, wie z. B. die Korngrößenverteilung, Wassergehalt, Gehalt an organischer Substanz, der mit diesem Dokument zu untersuchenden Feststoffe, weichen weit voneinander ab. Die Probenvorbehandlung ist hinsichtlich der Eigenschaften sowohl der Organozinnverbindungen als auch der zu untersuchenden Matrix angemessen gestaltet.

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*

ISO 11465, *Soil quality — Determination of dry matter and water content on a mass basis — Gravimetric method*

ISO 16720, *Soil quality — Pretreatment of samples by freeze-drying for subsequent analysis*

ISO 22892, *Soil quality — Guidelines for the identification of target compounds by gas chromatography and mass spectrometry*

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:

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

3.1

Organozinnverbindung

Substanz, die 1 bis 4 Sn-C-Bindungen enthält

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Anzahl der Sn-C-Bindungen ist ein Maß für den Grad der Substitution.

3.2

Organozinnkation

Teil einer *Organozinnverbindung* (3.1), der alle Sn-C-Bindungen enthält und formal geladen ist

3.3

Organozinnkation-Derivate

nicht-dissoziierte tetrasubstituierte Organozinnverbindungen, die durch Derivatisierung hergestellt werden

3.4

Feststoff

Boden, Sediment, Schlamm und Abfall (bodenähnliches Material)

4 Kurzbeschreibung

Für die ionischen und die nichtionischen Organozinnverbindungen (siehe Tabelle 1) sind sowohl unterschiedliche Probenvorbehandlungen als auch unterschiedliche Probenvorbereitungen notwendig. Für die Bestimmung der Organozinnkationen werden die Laborproben durch Gefriertrocknen und Mahlen vorbehandelt. Dieses Verfahren ermöglicht eine Homogenisierung der Proben. Die Bestimmung des nichtionischen TTBT kann wegen der Verdunstungsverluste nicht mit gefriergetrockneten Materialien durchgeführt werden. Deshalb muss es in der feldfeuchten Probe bestimmt werden. Organozinnkationen können nur nach der Derivatisierung bestimmt werden, dagegen ist TTBT bereits peralkyliert und kann ohne Derivatisierung (siehe Ablaufdiagramm in Bild 1) bestimmt werden.

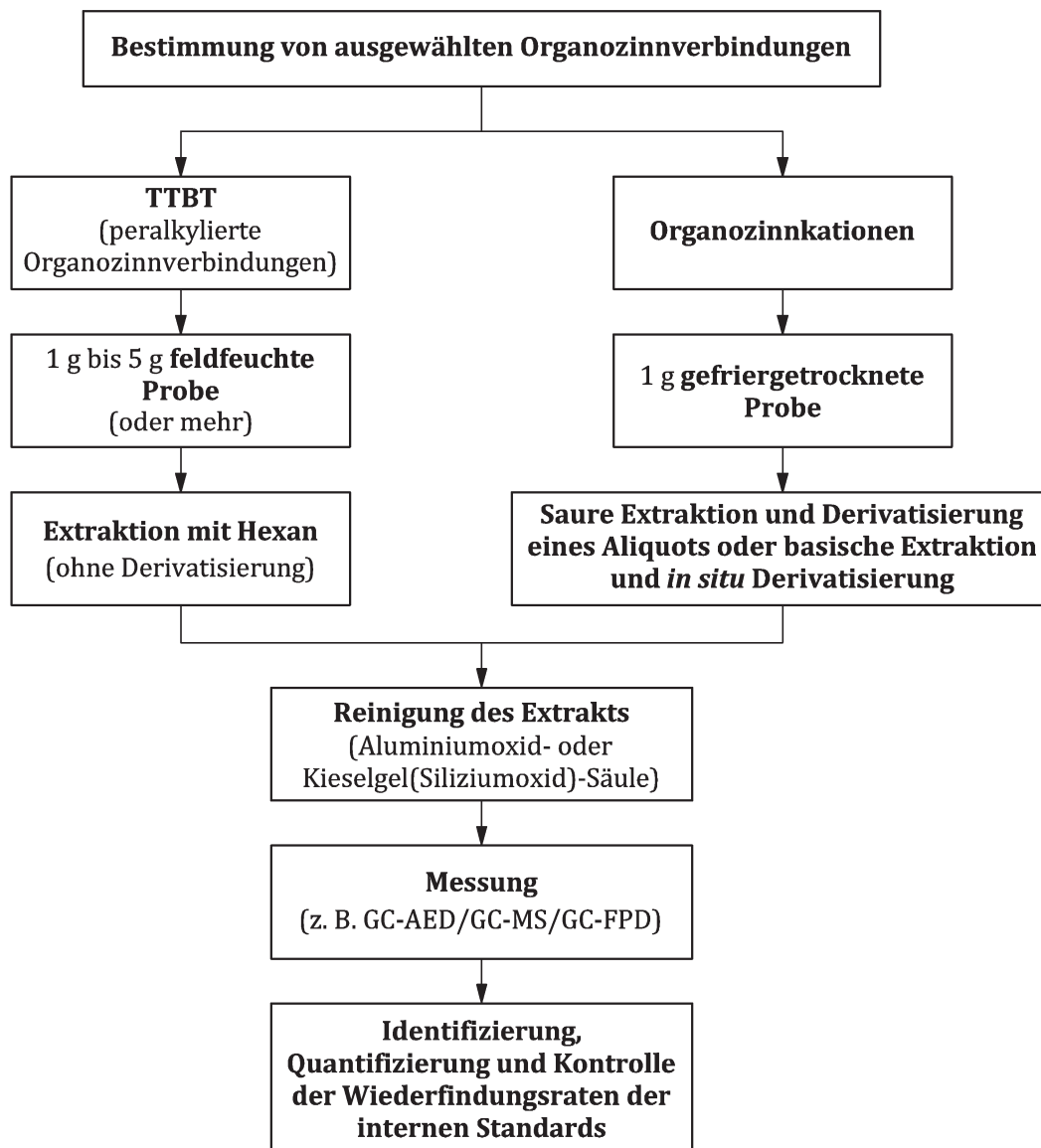


Bild 1 — Ablaufdiagramm für die Vorbehandlung und Analyse von ausgewählten Organozinnverbindungen

Wenn die Eignung nachgewiesen wurde, können neben der Gefriertrocknung auch andere Vorbehandlungsmethoden durchgeführt werden.

Für die Bestimmung der Organozinnverbindungen gibt es zwei alternative Extraktionsverfahren, beide verbunden mit einer *in situ* Derivatisierung mit Tetraethylboratverbindungen und gleichzeitiger Extraktion mit Hexan:

- a) Aufbereitung mit Essigsäure;
- b) Aufbereitung mit methanolischem Kaliumhydroxid.

Die Behandlung mit Kaliumhydroxid befördert zu einem gewissen Grad den Aufschluss und wird besonders empfohlen, wenn der Feststoff große Anteile von organischen und biologischen Materialien enthält.

ANMERKUNG 1 Falls es notwendig ist, eine große Menge der Probe zu nehmen, können Extraktion und Derivatisierung in zwei Schritten durchgeführt werden. Ein Aliquot des Extraktes kann für die Derivatisierung verwendet werden. Dies gilt auch für Proben mit einem hohen Kontaminationsniveau an zinnorganischen Verbindungen.

ANMERKUNG 2 Während der *in situ* Derivatisierung ist die feste Phase noch immer vorhanden. Das fördert die Extraktion durch kontinuierliche Umsetzung der polaren Organozinnkationen zu den unpolaren Organozinnkationen-Derivaten. *In situ* Verfahren können die Extraktionsfähigkeit besonders für monoalkylierte Organozinnverbindungen verbessern.

ANMERKUNG 3 Andere Extraktionsverfahren können angewendet werden, wenn vergleichbare Extraktionsausbeuten erreicht werden.

Wenn dieses Verfahren zur Bestimmung von anderen, nicht in dem Anwendungsbereich festgelegten Organozinnverbindungen angewendet wird, sollte seine Eignung durch betriebsinterne Validierungsversuche geprüft werden, z. B. Methylzinnverbindungen (siehe Tabelle 2). Es ist unwahrscheinlich, dass Methylzinnkationen aus wässrigen Lösemitteln verdunsten, aber peralkylierte Methylzinnverbindungen sind flüchtig und neigen zu Verlusten (siehe Anhang C.3). Deshalb werden zusätzliche Vorsichtsmaßnahmen eingeführt.

Tabelle 2 — Methylzinnverbindungen

$R_n\text{Sn}^{(4-n)+}$	R	<i>n</i>	Name	Abkürzung
MeSn^{3+}	Methyl	1	Monomethylzinnkation	MMT
$\text{Me}_2\text{Sn}^{2+}$	Methyl	2	Dimethylzinnkation	DMT
Me_3Sn^+	Methyl	3	Trimethylzinnkation	TMT

Das Gemisch der internen Standards umfasst vier Verbindungen, die vier Alkylierungszustände vertreten, um die Reaktion der zu analysierenden Verbindungen zu imitieren. Nach der Alkylierung erfassen sie einen großen Bereich der Flüchtigkeit. Für Derivatisierung/Extraktion sollte eine Wiederfindung von mindestens 80 % der internen Standardverbindungen erreicht werden, ebenso wie für jeden Reinigungsschritt. (Weitere Informationen, siehe Anhang A.3.). Tetraalkylborat ist sehr reaktiv und wird andere Verbindungen in der Matrix ebenso alkylieren. Diese Verbindungen (u. a. auch Boroxine) können die Bestimmung der Zielverbindungen während der gaschromatographischen Bestimmung stören und die Detektion beeinflussen. Um die Säule zu schützen und die Interferenzen bei der Chromatographie zu vermindern, ist ein Vorreinigungsschritt durchzuführen. Es ist mindestens eine Reinigung mit Kieselgel oder Aluminiumoxid durchzuführen, weitere Reinigungsschritte (z. B. Aluminiumoxid/Silbernitrat, Kieselgel/Silbernitrat, pyrogenes Kupfer; siehe Anhang B) können, falls notwendig, durchgeführt werden.

Die Bestimmung der tetrasubstituierten Organozinnverbindungen erfolgt nach der Reinigung und den Anreicherungs-schritten durch Trennung mittels Kapillar-Gaschromatographie und Detektion mit einem geeignetem Detektionssystem (Massenspektrometer [MS, MS/MS], Flammenphotometrische Detektion [FPD], Atomabsorptionsspektrometer [AAS], Atomemissionsdetektor [AED], Massenspektrometer mit induktiv gekoppeltem Plasma [ICP/MS]). Die Konzentrationen werden durch eine Kalibrierung über das gesamte Verfahren unter Anwendung wässriger Mehrkomponenten-Kalibrierbezugslösungen nach 5.4.3 bestimmt.

5 Reagenzien

5.1 Allgemeines

Es sind Reagenzien von höchster analytischer Reinheit, üblicherweise Pestizid-Qualität oder besser zu verwenden. Die Chemikalien und die Glasgeräte können Verunreinigungen von Organozinnverbindungen enthalten. Daher ist es notwendig, sie mittels Blindproben zu prüfen.

5.1.1 Wasser der Qualität 3 nach ISO 3696, das Wasser muss frei von Interferenzen sein.

5.2 Chemikalien

5.2.1 Essigsäure, CH_3COOH , Eisessig.

5.2.2 Natronlauge, NaOH , etwa 400 g/l (wässrige Lösung).

5.2.3 Natriumacetat, CH_3COONa .

5.2.4 Natriumsulfat, Na_2SO_4 , wasserfrei.

5.2.5 Kaliumhydroxid, KOH .

5.2.6 Kieselgel, Korngröße 0,085 mm bis 0,28 mm (63 mesh bis 200 mesh).

5.2.7 Aluminiumoxid, Al_2O_3 , alkalisch.

5.2.8 Tetrahydrofuran, $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}$, peroxidfrei, wasserfrei.

5.2.9 Aceton, $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$.

5.2.10 Hexan, C_6H_{14} .

ANMERKUNG Sowohl *n*-Hexan als auch 2-Methylpentan (*i*-Hexan) haben sich als geeignet erwiesen.

5.2.11 Tetraethylboratverbindung, z. B. Natriumtetraethylborat, $\text{NaB}(\text{C}_2\text{H}_5)_4$.

ANMERKUNG Die aktive Spezies während der Derivatisierung ist das Tetraethylboratanion. Die Auswahl des Kations ist frei wählbar. Natriumtetraethylborat wurde gewählt, da es handelsüblich ist. Grundsätzlich kann jede andere Tetraethylboratverbindung, einschließlich der mit Tetrahydrofuran (THF) gebildeten Komplexe, für die Analyse verwendet werden. Eine einfache und schnelle Synthese eines geeigneten Derivatisierungsmittels ist in Anhang A.1 beschrieben.

WARNUNG — Natriumtetraethylborat kann Restmengen von Triethylbor enthalten, die zur spontanen Entzündung führen können.

5.2.12 Methanol, CH_3OH .

5.2.13 Dichlormethan, CH_2Cl_2 .

5.3 Standards

WARNUNG — Organozinnverbindungen weisen je nach Alkylierungsgrad und der Art der Alkylgruppe stark unterschiedliche Toxizitätseigenschaften für Säugetiere auf. Ein vorsichtiger Umgang mit den Reagenzien ist zu jeder Zeit zwingend notwendig.

Tabelle 3 listet die für die Kalibrierung der Zielverbindungen (Lösung A) verwendeten Standards, internen Standards (Lösung B) und Injektionsstandards (Lösung C) auf. Zusätzliche Angaben werden hinsichtlich der Wägefaktoren für die Berechnung der Organozinnkationen aus der eingewogenen Substanz (bei 100%iger Reinheit der Substanzen) zur Verfügung gestellt.

Tabelle 3 — Standards und interne Standards für die Kalibrierung der Zielverbindungen

Nr.	Standard	Abkürzung	Formel	CAS-RN ^a	WF ^b	Lösung ^c
5.3.1	Monobutylzintrichlorid	MBTCl	C ₄ H ₉ SnCl ₃	1 118-46-3	0,623	A
5.3.2	Dibutylzinndichlorid	DBTCl	(C ₄ H ₉) ₂ SnCl ₂	683-18-1	0,767	A
5.3.3	Tributylzinnychlorid	TBTCl	(C ₄ H ₉) ₃ SnCl	1 461-22-9	0,891	A
5.3.4	Tetrabutylzinn	TTBT	(C ₄ H ₉) ₄ Sn	1 461-25-2	1,000	A
5.3.5	Monooctylzintrichlorid	MOTCl	C ₈ H ₁₇ SnCl ₃	3 091-25-6	0,686	A
5.3.6	Diocetylzinndichlorid	DOTCl	(C ₈ H ₁₇) ₂ SnCl ₂	3 542-36-7	0,830	A
5.3.7	Triphenylzinnychlorid	TPhTCl	(C ₆ H ₅) ₃ SnCl	639-58-7	0,908	A
5.3.8	Tricyclohexylzinnychlorid	TCyTCl	(C ₆ H ₁₁) ₃ SnCl	3 091-32-5	0,912	A
Interne Standards						
5.3.9	Monoheptylzintrichlorid	MHTCl	C ₇ H ₁₅ SnCl ₃	59 344-47-7	0,672	B
5.3.10	Diheptylzinndichlorid	DHTCl	(C ₇ H ₁₅) ₂ SnCl ₂	74 340-12-8	0,817	B
5.3.11	Tripropylzinnychlorid	TPTCl	(C ₃ H ₇) ₃ SnCl	2 279-76-7	0,875	B
5.3.12	Tetrapropylzinn	TTPT	(C ₃ H ₇) ₄ Sn	2 176-98-9	1,000	B
5.3.13	Tetrapentylzinn	TPPeT	(C ₅ H ₁₁) ₄ Sn	3 765-65-9	1,000	C
^a Chemical Abstracts Registry Number. ^b WF = Wägefaktor = Molmasse des Organozinnkations/Molmasse der Organozinnverbindung. ^c A für die Mehrkomponenten-Standardlösung in Methanol. B für die Lösung des internen Standards in Methanol. C für die Lösung des Injektionsstandards in Hexan.						

Anderer interne Standards als in Tabelle 3 genannt dürfen verwendet werden, wenn die Eignung nachgewiesen wurde. Beispiele geeigneter interner Standards sind:

- Monobutylzinn-D9 für Monobutylzinn;
- Tripropylzinn für Dibutylzinn und Tributylzinn;
- Monoheptylzinndichlorid für Monooctylzinn;
- Diheptylzinndichlorid für Tetrabutylzinn, Diocetylzinn und Tricyclohexylzinn;
- Triphenylzinn-D15 für Triphenylzinn

5.4 Herstellung der Reagenzien und Lösungen

5.4.1 Allgemeine Anforderungen

Es sind herzustellen (siehe auch Tabelle 3):

- Mehrkomponenten-Standardstammlösung A in Methanol (z. B. 1 mg/ml);
- Mehrkomponenten-Standardaufstocklösungen für die Kalibrierung durch Verdünnen der Lösung A mit Methanol;
- Stammlösung B der internen Standards in Methanol (z. B. 1 mg/ml);
- Aufstocklösung der internen Standards durch Verdünnen der Lösung B mit Methanol (z. B. 100 ng/ml);
- Stammlösung C des Injektionsstandards in Methanol (z. B. 2 mg/ml);
- Injektionsstandardlösung durch Verdünnen der Lösung C (z. B. 2 µg/ml).

5.4.2 Blindwertlösung

20 ml Wasser (5.1) in einen Erlenmeyerkolben mit Schliff oder in ein Fläschchen mit einem mit Polytetrafluorethylen (PTFE) beschichteten Schraubdeckel geben.

5.4.3 Wässrige Kalibrierlösungen (Mehrkomponentenlösung von Organozinnverbindungen in Wasser)

Für jeden Arbeitsbereich mindestens sechs Kalibrierlösungen in entsprechenden Konzentrationsstufen herstellen.

20 ml Wasser (5.1) in einen Erlenmeyerkolben mit Schliff oder ein Fläschchen mit einem mit PTFE-beschichteten Schraubdeckel geben. Unter kräftigem Rühren ein festgelegtes Volumen der jeweiligen Aufstocklösung unter die Oberfläche pipettieren und sicherstellen, dass die Aufstocklösung gleichmäßig im Wasser verteilt wird. 20 miniterrühren.

5.4.4 Methanolische Kaliumhydroxidlösung

25 g Kaliumhydroxid (5.2.5) in 100 ml Methanol (5.2.12) lösen. Dies ist die methanolische Kaliumhydroxidlösung.

5.4.5 Acetatpufferlösung

Etwa 1 mol Natriumacetat (entspricht 82 g wasserfreiem Natriumacetat) (5.2.3) in einem 1-l-Messkolben in 500 ml Wasser (5.1) lösen. Um einen pH-Wert von 4,5 einzustellen, ausreichend Eisessig (5.2.1) hinzufügen. Das Volumen mit Wasser (5.1) bis zur Marke auffüllen und gut mischen.

5.4.6 Lösemittelgemisch

Ein Lösemittelgemisch aus Eisessig, Methanol und Wasser in einem Volumenverhältnis von 1:1:1 herstellen.

5.4.7 Derivatisierungsmittel

Eine Lösung von etwa 10 g einer Tetraethylboratverbindung (5.2.11) in 100 ml Tetrahydrofuran (5.2.8) herstellen.

ANMERKUNG Diese Lösung ist für drei Monate stabil, wenn sie unter Inertgas gelagert wird.