

DIN EN ISO 22744-1



ICS 59.080.01

Entwurf

Einsprüche bis 2019-09-19
Ersatz für
E DIN EN ISO 22744-1:2018-08

**Textilien und textile Erzeugnisse –
Bestimmung von zinnorganischen Verbindungen –
Teil 1: Derivatisierung für das gaschromatographische Verfahren
(ISO/DIS 22744-1.2:2019);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 22744-1:2019**

Textiles and textile product –

Determination of organotin compounds –

Part 1: Derivatisation method using gas chromatography (ISO/DIS 22744-1.2:2019);
German and English version prEN ISO 22744-1:2019

Textiles et produits textiles –

Détermination des composés organostanniques –

Partie 1: Méthode utilisant la chromatographie en phase gazeuse (ISO/DIS 22744-1.2:2019);
Version allemande et anglaise prEN ISO 22744-1:2019

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2019-07-19 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 nmp@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 Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin, Saatwinkler Damm 42/43, 13627 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 31 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 22744-1:2019) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 38 „Textiles“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 248 „Textilien und textile Erzeugnisse“ erarbeitet, dessen Sekretariat von BSI (Vereinigtes Königreich) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-05-12 AA „Textilchemische Prüfverfahren und Fasertrennung“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

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 internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 4787	siehe	DIN EN ISO 4787
ISO 3696:1987	siehe	DIN ISO 3696:1991-06

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 4787, *Laborgeräte aus Glas — Volumenmessgeräte — Prüfverfahren und Anwendung*

DIN ISO 3696:1991-06, *Wasser für analytische Zwecke; Anforderungen und Prüfungen; Identisch mit ISO 3696:1987*

Textilien und textile Erzeugnisse — Bestimmung von zinnorganischen Verbindungen — Teil 1: Derivatisierung für das gaschromatographische Verfahren (ISO/DIS 22744-1.2:2019)

Textiles et produits textiles — Détermination des composés organostanniques — Partie 1 : Méthode utilisant la chromatographie en phase gazeuse (ISO/DIS 22744-1.2:2019)

Textiles and textile product — Determination of organotin compounds — Part 1: Derivatisation method using gas chromatography (ISO/DIS 22744-1.2:2019)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.9p

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	5
5 Reagenzien	6
6 Geräte und Materialien	7
7 Herstellen des Prüfstücks	7
8 Durchführung	7
8.1 Herstellung der Natriumtetraethylboratlösung	7
8.2 Herstellung der Standardlösungen	8
8.2.1 Allgemeines	8
8.2.2 Interne Standard-Stammlösung (1 000 mg/l des zinnorganischen Kations)	9
8.2.3 Interne Standard-Arbeitslösung (10 mg/l des zinnorganischen Kations)	9
8.2.4 Zielverbindung-Stammlösung (1 000 mg/l des zinnorganischen Kations)	9
8.2.5 Zielverbindung-Arbeitslösung (10 mg/l des zinnorganischen Kations)	9
8.3 Herstellung der Tropolon-Lösung	9
8.4 Herstellung der Pufferlösung	10
8.5 Kalibrierung	10
8.6 Probenherstellung	10
8.7 Herstellung der Blindlösung	11
8.8 Gaschromatographie	11
8.9 Quantifizierung	12
8.10 Nachweisgrenze und Bestimmungsgrenze	13
9 Prüfbericht	13
Anhang A (informativ) Für die Analyse zinnorganischer Verbindungen mittels Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-MS) empfohlene Bedingungen	14
Literaturhinweise	15

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 22744-1:2019) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 38 „Textiles“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 248 „Textilien und textile Erzeugnisse“ erarbeitet, dessen Sekretariat von BSI gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur zweiten parallelen Umfrage vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 22744-1.2:2019 wurde von CEN als prEN ISO 22744-1:2019 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.

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 Europäischen Komitee für Normung (CEN) und dessen Technischem Komitee CEN/TC 248, *Textilien und textile Erzeugnisse*, in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee ISO/TC 38, *Textiles*, in Übereinstimmung mit der Vereinbarung zur technischen Zusammenarbeit zwischen ISO und CEN (Wiener Vereinbarung) erarbeitet.

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 — Die Verwendung dieser Norm beinhaltet gefährliche Stoffe. Es wird nicht behauptet, alle mit der Verwendung verbundenen Sicherheits- oder Umweltprobleme anzugehen. Es liegt in der Verantwortung der Benutzer dieser Norm, geeignete Maßnahmen zu ergreifen, um die Sicherheit und Gesundheit von Personal und Umwelt vor der Anwendung der Norm zu gewährleisten und zu diesem Zweck gesetzliche und behördliche Anforderungen zu erfüllen.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Prüfverfahren zur Bestimmung des Vorhandenseins von zinnorganischen Verbindungen fest. Dieses Prüfverfahren ist für alle Arten von Materialien textiler Erzeugnisse anzuwenden.

ANMERKUNG CEN/TR 16741 legt fest, auf welche Werkstoffe diese Bestimmung anzuwenden ist.

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 4787, *Laboratory glassware — Volumetric instruments — Methods for testing of capacity and for use*

ISO 3696:1995, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (ISO 3696:1987)*

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 <http://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

4 Kurzbeschreibung

Die zinnorganischen Substanzen werden aus dem Material eines textilen Erzeugnisses mit einem Methanol-Ethanol-Gemisch mittlerer Säurestärke mit Tropolon als Komplexbildner extrahiert.

Die zinnorganische Verbindung, eine polare Verbindung mit hohem Siedepunkt, wird dann durch Reaktion mit Natriumtetraethylborat, $\text{NaB}(\text{Et})_4$, in das entsprechende flüchtige Tetraalkylderivat umgewandelt. Abschließend erfolgt ein gaschromatographischer Nachweis mit einem massenselektiven Detektor (GC-MS).

In Tabelle 1 sind die Zielverbindungen angegeben, die nach diesem Dokument analysiert werden können.

Tabelle 1 — Aufzählung von Zielverbindungen, die analysiert werden können

Art der Verbindung	Verbindung	CAS ^a
Monosubstituiert	n-Butylzintrichlorid	1118-46-3
	n-Octylzintrichlorid	3091-25-6
Disubstituiert	Di-n-butylzinndichlorid	683-18-1
	Di-n-octylzinndichlorid	3542-36-7
Trisubstituiert	Tri-n-butylzinnchlorid ^b	1461-22-9
	Triphenylzinnchlorid (oder Fentinchlorid)	639-58-7
	Tricyclohexylzinnchlorid	3091-32-5
Tetrasubstituiert	Tetra-n-butylzinn	1461-25-2
^a Chemical Abstract Service. ^b Wenn Bis(tri-n-butylzinn)oxid (TBTO), CAS-Nr. 56-35-9, vorhanden ist, wird es als Tri-n-Butylzinn nachgewiesen.		

5 Reagenzien

Sofern nicht anders festgelegt, werden ausschließlich Reagenzien von anerkannter analytischer Reinheit verwendet.

5.1 Wasser, Qualität 3 nach ISO 3696.

5.2 Ethanol, GPR-rein oder denaturierter Industrialkohol (IMS, en: industrial methylated spirit), CAS-Nummer: 64-17-5.

5.3 Eisessig, CAS-Nummer: 64-19-7.

5.4 Natriumtetraethylborat, CAS-Nummer: 15523-24-7.

5.5 Tetrahydrofuran (THF), stabilisiert, CAS-Nummer: 109-99-9.

5.6 n-Heptylzintrichlorid, CAS-Nummer: 59344-47-7 (interner Standard).

5.7 Di-n-heptylzinndichlorid, CAS-Nummer: 74340-12-8 (interner Standard).

5.8 Tri-n-propylzinnmonochlorid, CAS-Nummer: 2279-76-7 (interner Standard).

5.9 Tetra-n-propylzinn, CAS-Nummer: 2176-98-9 (interner Standard).

5.10 Isooctan, CAS-Nummer: 540-84-1.

5.11 Inertgas, z. B. Stickstoff, Helium oder Argon.

5.12 Tropolon (2-Hydroxy-2,4,6-cycloheptatrien-1-on), CAS-Nummer: 533-75-5.

5.13 Methanol, analysenrein, CAS-Nummer: 67-56-1.

5.14 Natriumacetat, CAS-Nummer: 127-09-3.

5.15 Zinnorganische Verbindungen, wie in Tabelle 1 aufgeführt.

6 Geräte und Materialien

Es müssen die üblichen Geräte und Laborgeräte aus Glas nach ISO 4787 und die folgenden verwendet werden.

- 6.1 **GC-MS, Gaschromatograph**, mit massenselektivem Detektor (MS).
- 6.2 **Analysenwaage**, zum Messen der Masse mit einer Fehlergrenze von 0,1 mg.
- 6.3 **Glasgefäß**, mit Schraubverschluss und einem Volumen von 50 ml.
- 6.4 **Mikropipetten**, 10 µl bis 500 µl Bereich, mit Einwegspitzen.
- 6.5 **Pipette**, Volumen 1 ml bis 10 ml.
- 6.6 **Kalibriertes pH-Messgerät**, mit einer Glas-Elektrode und einem Messbereich von 0 bis 14.
- 6.7 **Ultraschallbad**, mit einstellbarer Temperatur, geeignet für den Betrieb bei etwa 60 °C.
- 6.8 **Zentrifuge**.
- 6.9 **Horizontal bewegbare mechanische Schütteleinrichtung**, eingestellt auf eine Frequenz von mindestens 50 min⁻¹.

7 Herstellen des Prüfstücks

Das Prüfstück besteht aus nur einem Material, das dem textilen Erzeugnis entnommen wird, z. B. aus Textil, einem beschichteten Werkstoff, Polymer, Leder oder aus anderen Materialien. Die Herstellung der Probe sollte die Entnahme einzelner Materialien aus dem textilen Erzeugnis und die Herstellung eines Prüfstücks umfassen, wobei Teile mit einem Durchmesser von höchstens 4 mm entstehen.

8 Durchführung

SICHERHEITSVORKEHRUNGEN — Da Natriumtetraethylborat luftempfindlich ist und sich in Anwesenheit von Luft spontan selbst entzünden kann, muss die Lösung in einem großvolumigen Abzug hergestellt werden. Zinnorganische Verbindungen sind sowohl toxisch als auch als endokrin wirksame Substanzen bekannt und sollten folglich mit äußerster Vorsicht behandelt werden.

Alle Chemikalien, die unterhalb der Raumtemperatur aufbewahrt werden, sollten vor Entnahme von aliquoten Mengen Raumtemperatur erreicht haben.

8.1 Herstellung der Natriumtetraethylboratlösung

Etwa 2 g Natriumtetraethylborat (5.4) werden in einen 10-ml-Messkolben eingewogen und das Volumen wird mit Tetrahydrofuran (5.5) bis zur Markierung aufgefüllt.

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

ANMERKUNG Bereits ausgewägte Tetraethylborat oder handelsübliche Lösungen sind auf dem Markt erhältlich.

8.2 Herstellung der Standardlösungen

8.2.1 Allgemeines

Die zinnorganischen Verbindungen sind auf dem Markt als Chloridform verfügbar, aber für die Kalibrierkurve und für das Ergebnis werden die Konzentrationen in mg/kg der zinnorganischen Kationen angegeben.

BEISPIEL 1 Bei Dibutylzinndichlorid ist Bu_2SnCl_2 (Dibutylzinndichlorid) die Chloridform und $\text{Bu}_2\text{Sn}^{2+}$ die Kationenform.

In Tabelle 2 sind die Menge des zinnorganischen Chlorids und der Gewichtungsfaktor für die Rückberechnung der zinnorganischen Kationen (für 100%ig reine Chloridformen) angegeben.

Tabelle 2 — Menge des zinnorganischen Chlorids und Gewichtungsfaktor für die Rückberechnung der zinnorganischen Kationen

Verbindung	Gewichtungs- faktor	Menge des zinnorganischen Chlorids, die erforderlich ist, damit in der Lösung 1 000 mg/l eines zinnorganischen Kations (in einem 100-ml-Messkolben) enthalten sind mg
Zielverbindungen		
n-Butylzintrichlorid	0,623	160,5
n-Octylzintrichlorid	0,686	145,8
Di-n-butylzinndichlorid	0,767	130,4
Di-n-octylzinndichlorid	0,830	120,5
Tri-n-butylzinnschlorid	0,891	112,2
Triphenylzinnschlorid	0,908	110,1
Tricyclohexylzinnschlorid	0,912	109,6
Tetra-n-butylzinn	1,000	100,0
Interne Standards		
n-Heptylzintrichlorid	0,672	148,8
Di-n-heptylzinndichlorid	0,817	122,4
Tri-n-propylzinnsmonochlorid	0,875	114,3
Tetra-n-propylzinn	1,000	100,0

BEISPIEL 2 Bei einer Einwaage von 160,5 mg Monobutylzintrichlorid (BuSnCl_3) enthält die Lösung 1 605 mg/l Monobutylzintrichlorid, was einer Konzentration von $1\,605 \times 0,623 = 1\,000$ mg/l des Monobutylzinnkations (BuSn^{3+}) entspricht.

BEISPIEL 3 Bei einer Einwaage von 110,4 mg Dioctylzinndichlorid $[(\text{C}_8\text{H}_{17})_2\text{SnCl}_2]$ enthält die Lösung 1 104 mg/l Dioctylzinndichlorid, was einer Konzentration von $1\,104 \times 0,830 = 916$ mg/l des Dioctylzinnkations $[(\text{C}_8\text{H}_{17})_2\text{Sn}^{2+}]$ entspricht.