



SLOVENSKI STANDARD
oSIST prEN ISO 18218-2:2018
01-julij-2018

Usnje - Določevanje etoksilatnih alkilfenolov - 2. del: Posredna metoda (ISO/DIS 18218-2:2018)

Leather - Determination of ethoxylated alkylphenols - Part 2: Indirect method (ISO/DIS 18218-2:2018)

Leder - Bestimmung von ethoxylierten Alkylphenolen - Teil 2: Indirektes Verfahren (ISO/DIS 18218-2:2018)

Cuir - Détermination des alkylphénols éthoxylés - Partie 2: Méthode indirecte (ISO/DIS 18218-2:2018)

Ta slovenski standard je istoveten z: prEN ISO 18218-2

ICS:

59.140.30 Usnje in krzno Leather and furs

oSIST prEN ISO 18218-2:2018 de

EUROPÄISCHE NORM
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE

ENTWURF
prEN ISO 18218-2

April 2018

ICS 59.140.30

Vorgesehen als Ersatz für EN ISO 18218-2:2015

Deutsche Fassung

Leder - Bestimmung von ethoxylierten Alkylphenolen - Teil 2: Indirektes Verfahren (ISO/DIS 18218-2:2018)

Leather - Determination of ethoxylated alkylphenols -
Part 2: Indirect method (ISO/DIS 18218-2:2018)

Cuir - Détermination des alkylphénols éthoxylés - Partie
2: Méthode indirecte (ISO/DIS 18218-2:2018)

Dieser Europäische Norm-Entwurf wird den CEN-Mitgliedern zur parallelen Umfrage vorgelegt. Er wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 289 erstellt.

Wenn aus diesem Norm-Entwurf eine Europäische Norm wird, sind die CEN-Mitglieder gehalten, die CEN-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.

Dieser Europäische Norm-Entwurf wurde von CEN in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch) erstellt. Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem CEN-CENELEC-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.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevante Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Warnvermerk : Dieses Schriftstück hat noch nicht den Status einer Europäischen Norm. Es wird zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt. Es kann sich noch ohne Ankündigung ändern und darf nicht als Europäischen Norm in Bezug genommen werden.



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
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Kurzbeschreibung	6
4 Prüfgeräte und Materialien	7
5 Chemikalien	7
6 Probenahme und Probenvorbereitung	8
6.1 Vorbereitung der Lederproben	8
6.1.1 Probenahme und Vorbereitung der Proben	8
6.1.2 Probenextraktion	8
6.2 Vorbereitung der Proben von Leder-Prozesshilfsstoffen	8
6.3 Blindprobe	8
6.4 Bestimmung von OP und NP	9
6.5 Bestimmung von OPEO und NPEO	9
6.6 Chromatographische Analyse	10
6.7 Auswertung	10
7 Kalibrierung	10
7.1 Kalibrierung für OP und NP	10
7.2 Kalibrierung für OPEO und NPEO	10
8 Berechnung	11
8.1 Berechnung von OP und NP	11
8.2 Berechnung von OPEO und NPEO	11
9 Prüfbericht	12
Anhang A (informativ) Herstellung von Aluminiumtriiodid	13
A.1 Reagenzien	13
A.2 Prüfeinrichtung	13
A.3 Durchführung	13
Anhang B (informativ) Beispiel eines HPLC-Chromatogramms	14
B.1 HPLC-Bedingungen	14
Anhang C (informativ) Beispiel eines GC-MS-Chromatogramms	16
C.1 Gaschromatographische Bedingungen	16
C.2 MS-Bedingungen	16
Literaturhinweise	19

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 18218-2:2018) 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.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 18218-2:2015 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 18218-2:2018 wurde von CEN als prEN ISO 18218-2:2018 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

SIST EN ISO 18218-2:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d1d7233f-f05e-4a8c-9437-9b3c1533e8aa/sist-en-iso-18218-2-2019>

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: Foreword - Supplementary information.

ISO 18218-2 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, gemäß der Vereinbarung über technische Kooperation zwischen ISO und CEN (Wiener Vereinbarung) erarbeitet.

IULTCS wurde 1897 gegründet und ist eine weltweite Organisation professioneller Ledergesellschaften zur Weiterentwicklung der Lederwissenschaft und -technologie. IULTCS besteht aus drei Kommissionen, die für die Festlegung internationaler Verfahren der Probenahme und Prüfung von Leder zuständig sind. ISO erkennt IULTCS als ein internationales Normungsinstitut für die Vorbereitung von Prüfverfahren von Leder an.

Diese zweite Ausgabe wurde erstellt, um einen Fehler in 6.6 zu korrigieren. Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 4045:2014), die technisch wie folgt überarbeitet wurde:

- 5.14 und 5.15 wurden hinzugefügt;
- 6.4, 6.5 und 6.6 wurden überarbeitet, indem Verweisungen auf 5.14 und 5.15 eingefügt wurden.

ISO 18218 besteht unter dem allgemeinen Titel *Leder — Bestimmung von ethoxylierten Alkylphenolen* aus den folgenden Teilen:

- Teil 1: *Direktes Verfahren*
- Teil 2: *Indirektes Verfahren*

Einleitung

Nonylphenoethoxylat gehört zu den nicht-ionischen Tensiden. Beim biologischen Abbau von Nonylphenoethoxylat wird der langlebige Schadstoff, das verzweigte Nonylphenol freigesetzt. Nonylphenol ist eine hormonell wirkende Substanz, die für Wasserorganismen und viele andere Organismen toxisch ist. Aus diesem Grund muss die Freisetzung von Nonylphenoethoxylat in die Umwelt vermieden werden.

Im Jahr 2003 hat die Europäische Richtlinie 2003/53/EG den Verkauf und die Verwendung von Nonylphenol und Nonylphenoethoxylat in Produktzubereitungen für Branchen mit Einleitungen ins Abwasser beschränkt. Zubereitungen, die Konzentrationen gleich oder höher als 0,1 % Nonylphenoethoxylat oder Nonylphenol enthalten, wurden verboten. Diese Richtlinie ist Teil der EU-Verordnung 1907/2006 (REACH).

Eine detaillierte Zusammensetzung des chemischen Stoffes Nonylphenoethoxylat kann nicht angegeben werden; dem Stoff wird die allgemeine Strukturformel zugewiesen:

$(C_9\text{-Alkylkette, verzweigt oder linear}) - \text{Ph}-[\text{OCH}_2\text{CH}_2]_n\text{-OH}$ (mit Ph = Phenyl, $n \geq 1$)

Die Europäische Chemikalienagentur (ECHA) hat, um die Gruppe der verzweigten oder linearen Ethoxylate von 4-Nonylphenol zu erfassen, dem Stoff die folgende Definition zugewiesen: *4-Nonylphenol, verzweigt oder linear, ethoxyliert [Stoffe mit einer linearen und/oder verzweigten Alkylkette mit einer Kohlenstoffzahl von 9, in Position 4 an Phenol kovalent gebunden, ethoxyliert, umfassen UVCB- und chemisch genau definierte Stoffe, Polymere und Homologe, die jedes der einzelnen Isomere und/oder Kombinationen aus ihnen einschließen].*

In der Lederindustrie wurden Nonylphenoethoxylat und Octylphenoethoxylat als Tenside verwendet. Jedoch wurden die in Wasser unlöslichen Stoffe Nonylphenol und Octylphenol nicht verwendet. Aus diesem Grund wurden zwei unterschiedliche analytische Verfahren zur Analyse von Lederproben entwickelt.

Die ISO 18218-1 beschreibt ein Verfahren zur direkten Bestimmung des ethoxylierten Alkylphenols. Es ist ein effizientes Verfahren für die Analyse einer größeren Anzahl von Lederproben. Dieses Verfahren erfordert eine HPLC mit einem Triple-Quadrupol-Massenspektrometer (MSMS), um Nonylphenoethoxylat und Octylphenoethoxylat zu identifizieren.

Dieser Teil der ISO 18218 ist ein Verfahren zur Analyse des Alkylphenols. Das ethoxylierte Alkylphenol wird unter Freisetzung des Alkylphenols gespalten, das mithilfe von Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (en: high-performance liquid chromatography, HPLC) oder Gaschromatographie mit Massenspektrometrie-Kopplung (en: gas chromatography-mass spectrometry, GC-MS) identifiziert wird. Dieses Verfahren kann auch angewendet werden, um den Gehalt an Alkylphenoethoxylat in Leder und Prozesshilfsstoffen indirekt zu bestimmen.

prEN ISO 18218-2:2018 (D)

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil der ISO 18218 legt ein Verfahren zur Bestimmung von Alkylphenol (Nonylphenol und Octylphenol) und Alkylphenoethoxylat (Nonylphenoethoxylat und Octylphenoethoxylat) in Leder und Prozesshilfsstoffen fest. Die Analyse basiert auf Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC) oder Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-MS).

Die Analyse des Alkylphenoethoxylats wird durch Spaltung von Alkylphenoethoxylat und die Messung des freigesetzten Alkylphenols durchgeführt.

ANMERKUNG ISO 18218-1 und dieser Teil der ISO 18218 verwenden verschiedene Lösemittel zur Extraktion der ethoxylierten Alkylphenole aus Leder. Für die beiden analytischen Verfahren wird erwartet, dass sie für den Gehalt ethoxylierter Alkylphenole in Leder konsequenterweise ähnliche Tendenzen jedoch nicht zwangsläufig das absolut identische Ergebnis liefern.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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).

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

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

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

3 Kurzbeschreibung

Die Lederproben werden mit Acetonitril im Ultraschallbad extrahiert und Nonylphenol (NP) und/oder Octylphenol (OP) in dem Extrakt quantitativ durch HPLC oder GC-MS bestimmt.

Die Lederhilfsstoffe werden in Acetonitril gelöst und NP und/oder OP in der Lösung quantitativ durch HPLC oder GC-MS bestimmt.

Das in dem Extrakt oder der Lösung vorhandene Nonylphenoethoxylat (NPEO) und Octylphenoethoxylat (OPEO) wird zunächst mit Aluminiumtriiodid als Spaltmittel in NP und OP umgewandelt, und NP und OP werden durch HPLC oder GC-MS bestimmt. Die Gehalte an NPEO und OPEO werden dann jeweils durch die Normalisierung zu NPEO₉ und OPEO₁₀ berechnet. Beispiele der zur Bestimmung verwendeten vier Analyte sind in Tabelle 1 angegeben.

Tabelle 1 — Analyte, die durch dieses Verfahren bestimmbar sind

Analyten	Empirische Formel	Abkürzung	CAS ^a -Nr.
4-Nonylphenol (Isomerenmischung)	C ₉ H ₁₉ -C ₆ H ₄ -OH	NP	84852-15-3
4-tert-Octylphenol	C ₈ H ₁₇ -C ₆ H ₄ -OH	OP	140-66-9
Nonylphenoethoxylat	C ₉ H ₁₉ -C ₆ H ₄ -(OC ₂ H ₄) _n OH (<i>n</i> ≈ 9)	NPEO ₉	9016-45-9
Octylphenoethoxylat	C ₈ H ₁₇ -C ₆ H ₄ -(OC ₂ H ₄) _n OH (<i>n</i> ≈ 10)	OPEO ₁₀	9002-93-1

^a CAS = Chemical Abstract Service

ANMERKUNG Es gibt viele CAS-Nummern für Nonylphenoethoxylate und Octylphenoethoxylate. Die CAS-Nummern in Tabelle 1 bezeichnen die normalisierten Strukturen wie sie in externen Kalibrationen benutzt werden (siehe 7.2).

4 Prüfgeräte und Materialien

Übliche Laborausstattung und besonders die Folgende:

- 4.1 **Analysenwaage**, mit der auf 0,1 mg gewogen werden kann.
- 4.2 **Ultraschallbad**, (40 ± 2) kHz, mit Thermostat, der eine Temperatur von (50 ± 5) °C halten kann.
- 4.3 **Scheidetrichter**, 150 ml.
- 4.4 **Rotationsverdampfer**, mit Thermostat und Vakuumsystem.
- 4.5 **Membranfilter**, Polyamid, 0,45 µm.
- 4.6 **HPLC**, ausgestattet mit Diodenarraydetektor (DAD) oder Fluoreszenzdetektor (FLD).
- 4.7 **GC**, ausgestattet mit massenselektivem Detektor (MSD).
- 4.8 **Filterpapier**, schnell, quantitativ.

5 Chemikalien

Wenn nicht anders festgelegt, sind nur analysenreine Chemikalien zu verwenden.

5.1 **Acetonitril** für HPLC.

5.2 ***n*-Hexan**.

ANMERKUNG Isohexan darf auch verwendet werden.

5.3 **Aluminiumtriiodid**, im Handel erhältlich, oder nach Anhang A hergestellt.

5.4 **Schwefelsäurelösung**, 0,5 mol/l.

5.5 **Natriumthiosulfatlösung**, bei Raumtemperatur gesättigt.

5.6 **Wasserfreies Magnesiumsulfat** (MgSO_4) zur Analyse.

5.7 **Wasserfreies Natriumsulfat** (Na_2SO_4) als Trockenmittel zur Analyse. Sofern nicht bereits als wasserfreies Pulver vorliegend, kann es für 4 h bei 800 °C behandelt werden, trocken lagern.

ANMERKUNG Andere geeignete Trockenmittel dürfen verwendet werden.

5.8 **Natriumchloridlösung**, bei Raumtemperatur gesättigt.

5.9 **NP-Lösung** (in Tabelle 1) zur Kalibrierung, 1 000 mg/l in *n*-Hexan.

5.10 **OP-Lösung** (in Tabelle 1) zur Kalibrierung, 1 000 mg/l in *n*-Hexan.

5.11 **OPEO-Lösung** (in Tabelle 1) zur Kalibrierung, 2 000 mg/l in Acetonitril. Bei einer Kalibrierung ist diese Lösung mit Acetonitril (5.1) zu verdünnen.

prEN ISO 18218-2:2018 (D)

5.12 NPEO-Lösung (in Tabelle 1) zur Kalibrierung, 4 000 mg/l in Acetonitril. Bei einer Kalibrierung ist diese Lösung mit Acetonitril (5.1) zu verdünnen.

5.13 4*n*-Nonylphenol-Lösung (4*n*-NP, CAS-Nr. 104-40-5), 1 000 mg/l in Acetonitril. 4*n*-NP kann als interner Standard für die GC-MS-Analyse verwendet werden. Diese Lösung ist mit Acetonitril (5.1) zu verdünnen, wenn die interne Kalibrierkurve angewendet wird.

5.14 4*n*-Nonylphenol-Lösung (4*n*-NP, CAS-Nr. 104-40-5), 1 000 mg/l in *n*-Hexan. 4*n*-NP kann als interner Standard für die GC-MS-Analyse verwendet werden. Diese Lösung ist mit *n*-Hexan (5.2) zu verdünnen, wenn die interne Kalibrierkurve angewendet wird.

5.15 Destilliertes oder entionisiertes Wasser, nach ISO 3696:1987, Qualität 3.

6 Probenahme und Probenvorbereitung

6.1 Vorbereitung der Lederproben

6.1.1 Probenahme und Vorbereitung der Proben

Die Probenahme des Leders ist, falls möglich, nach ISO 2418 durchzuführen. Das Leder ist nach ISO 4044 zu mahlen oder zu schneiden.

Falls eine Probenahme nach ISO 2418 nicht möglich ist (z. B. im Falle von Leder aus fertigen Produkten wie Schuhen, Kleidung), sind die Einzelheiten der Probenahme im Prüfbericht anzugeben.

6.1.2 Probenextraktion

Etwa 2,5 g der Lederprobe (6.1.1) sind auf 10 mg in einen Erlenmeyerkolben einzuwiegen und mit etwa 3 g Na₂SO₄ (5.7) zu mischen. Dann ist ein aliquoter Anteil von (50,0 ± 1) ml Acetonitril (5.1) dem Kolben hinzuzufügen, der anschließend mit einem Stopfen verschlossen wird.

Für die GC-MS-Analyse ist ein interner Standard zu verwenden. Ein aliquoter Anteil von 100 µl der 4*n*-NP-Lösung (5.13) ist dem Kolben hinzuzufügen, die Endkonzentration beträgt 2,0 mg/l.

Der Kolben ist in ein Ultraschall-Wasserbad (4.2) zu setzen und bei (50 ± 5) °C für (60 ± 5) min zu extrahieren. Dann ist der Kolben auf Raumtemperatur abzukühlen.

Die Extrakte sind durch ein quantitatives schnelles Filterpapier (4.8) zu filtrieren, um Leder- und Salzpartikel zu entfernen. Mindestens 30 ml des Filtrats sind für die Analyse nach 6.4 und 6.5 aufzufangen.

6.2 Vorbereitung der Proben von Leder-Prozesshilfsstoffen

Etwa 0,5 g des Lederhilfsstoffs sind auf 10 mg in einen Kolben einzuwiegen und vorsichtig mit etwa 2 g MgSO₄ (5.6) zu mischen. Dann ist die Probe unter Verwendung von 3 × 7 ml (etwa) Acetonitril (5.1) unter Rühren mit einem Glasstab aufzulösen. Die Extrakte sind durch ein quantitatives Filterpapier zu filtrieren. Sofern die Extrakte unlösliche Stoffe enthalten, ist der Extrakt zu zentrifugieren. Die Extrakte sind in einem 50ml-Messkolben aufzufangen und bis zu 50,0 ml mit Acetonitril aufzufüllen.

Für die GC-MS-Analyse ist ein interner Standard zu verwenden. Ein aliquoter Anteil von 100 µl der 4*n*-NP-Lösung (5.13) ist dem Kolben hinzuzufügen, die Endkonzentration beträgt 2,0 mg/l.

6.3 Blindprobe

Die Blindprobe ist auf genau dieselbe Weise wie die Probe zu behandeln, die Probe ist jedoch durch das entsprechende Volumen Acetonitril zu ersetzen.

6.4 Bestimmung von OP und NP

Für die HPLC-Analyse sind die Probenextrakte aus (6.1.2) oder (6.2) direkt nach dem Filtrieren durch eine Polyamid-Membran (4.5) zu verwenden.

Für die GC-MS-Analyse sind 10,0 ml des Probenextrakts aus (6.1.2) oder (6.2) in einen Scheidetrichter (4.3) zu überführen. Anschließend sind etwa 20 ml Wasser (5.15) und 1 ml Schwefelsäurelösung (5.4) hinzuzufügen. Das Gemisch ist zweimal mit etwa 20 ml *n*-Hexan (5.2) zu extrahieren, die organische Phase ist abzutrennen und aufzufangen. Anschließend sind die vereinigten *n*-Hexanextrakte mit etwa 30 ml Wasser zu waschen, die wässrige Schicht ist abzutrennen und die organische Schicht ist mit etwa 5 g Na₂SO₄ (5.7) zu trocknen. Das organische Lösemittel ist am Rotationsverdampfer (4.4) bei ungefähr 50 °C zu entfernen. Die Rückstände sind in (10,0 ± 0,1) ml *n*-Hexan (5.2) erneut zu lösen, und die Lösung ist nach dem Filtrieren durch eine Polyamid-Membran (4.5) für die GC-MS-Analyse gebrauchsfertig.

ANMERKUNG Wenn sich die organische Phase nach der Behandlung mit *n*-Hexan im Scheidetrichter nicht frei trennen kann, sind etwa 30 ml gesättigte Natriumchloridlösung (5.8) in den Trichter hinzuzufügen, dann ist die Mischung für etwa 30 s zu schütteln und bis zur Trennung stehen zu lassen.

Die Signalantwort der Probenextrakte sollte innerhalb der Konzentrationsbereiche der Kalibrierkurven liegen. Wenn nicht, dann sind die Extraktionslösungen entsprechend mit Acetonitril für die HPLC-Analyse oder mit *n*-Hexan für die GC-MS-Analyse zu verdünnen.

6.5 Bestimmung von OPEO und NPEO

Aluminiumtriiodid (5.3) in Acetonitril ist für die Spaltung von NPEO und OPEO nach Anhang A herzustellen.

ANMERKUNG Aluminiumtriiodid ist extrem luft- und wasserempfindlich. Falls handelsübliches Aluminiumtriiodid (5.3) verwendet wird, kann es in Schwefelkohlenstoff in einer Konzentration von etwa 0,1 g/ml gelöst werden. 10 ml der Lösung sind in einen Kolben zu pipettieren, und das Lösemittel ist vor der Zugabe der Probenextrakte durch Erhitzen zu entfernen.

Ein aliquoter Anteil von (10,0 ± 0,1) ml der Probenextrakte (6.1.2 oder 6.2) ist in den Kolben, der etwa 1 g Aluminiumtriiodid enthält, hinzuzufügen, und das Refluxieren ist bei (90 ± 2) °C für (30 ± 5) min fortzusetzen.

Der Kolben ist zu entnehmen und Wasser (5.15) ist langsam tropfenweise bis zum Abklingen der Reaktion hinzuzufügen. Anschließend ist der Inhalt mit etwa 20 ml Wasser (5.15) zu verdünnen und auf Raumtemperatur abzukühlen.

Die Mischung ist in einen Scheidetrichter (4.3) zu überführen; der Kolben ist mit etwa 20 ml *n*-Hexan (5.2) zu spülen und die organische Lösung ebenfalls in den Trichter zu überführen. Dann sind etwa 1 ml Schwefelsäurelösung (5.4) hinzuzufügen und zu schütteln. Die organische Phase ist aufzufangen, und die wässrige Phase ist mit weiteren 20 ml *n*-Hexan zu extrahieren. Die gesamten organischen Phasen sind zu vereinen. Anschließend sind etwa 2 ml Natriumthiosulfatlösung (5.5) hinzuzufügen und zu schütteln, bis die rosa Farbe (vom Iod) verschwindet. Die organische Phase ist mit etwa 30 ml Wasser (5.15) zu waschen, die wässrige Schicht ist zu entfernen und die organische Phase ist mit etwa 4 g Na₂SO₄ (5.7) zu trocknen. Das organische Lösemittel ist am Rotationsverdampfer bei etwa 50 °C zu entfernen.

ANMERKUNG Wenn sich die organische Phase nach der Behandlung mit *n*-Hexan im Scheidetrichter nicht frei trennen kann, sind etwa 30 ml gesättigte Natriumchloridlösung (5.8) in den Trichter hinzuzufügen, dann ist die Mischung für etwa 30 s zu schütteln und bis zur Trennung stehen zu lassen.

Für die HPLC-Analyse ist der Rückstand in (10,0 ± 0,1) ml Acetonitril (5.1) wieder aufzulösen und durch eine Polyamid-Membran (4.5) zu filtrieren.