

**SLOVENSKI STANDARD**  
**oSIST prEN ISO 22744-1:2018**  
**01-oktober-2018**

---

**Tekstilije in tekstilni izdelki - Kritične snovi, ki so potencialno prisotne v sestavinah materialov tekstilnih izdelkov - Ugotavljanje organskih sestavin - 1. del: Metoda z uporabo plinske kromatografije (ISO/DIS 22744-1:2018)**

Textiles and textile product - Critical substances potentially present in components of textile product materials - Determination of organotin compounds - Part 1: Method using gas chromatography (ISO/DIS 22744-1:2018)

Textilien und textile Erzeugnisse - Kritische Stoffe, die potentiell in Bestandteilen von Materialien textiler Erzeugnisse vorhanden sind - Bestimmung von zinnorganischen Verbindungen - Teil 1: Gaschromatographisches Verfahren (ISO/DIS 22744-1:2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/426348c6-8795-4ff0-9fb0-e397f21e1530/sist-en-iso-22744-1-2020>

Textiles et produits textiles - Substances critiques potentiellement présentes dans les composants de matériaux de produits textiles - Détermination des composés organostanniques - Partie 1: Méthode utilisant la chromatographie en phase gazeuse (ISO/DIS 22744-1:2018)

**Ta slovenski standard je istoveten z: prEN ISO 22744-1**

---

**ICS:**

59.060.01      Tekstilna vlakna na splošno      Textile fibres in general

**oSIST prEN ISO 22744-1:2018**

**de**



EUROPÄISCHE NORM  
EUROPEAN STANDARD  
NORME EUROPÉENNE

ENTWURF  
prEN ISO 22744-1

August 2018

ICS 59.080.01

Deutsche Fassung

Textilien und textile Erzeugnisse - Kritische Stoffe, die  
potentiell in Bestandteilen von Materialien textiler  
Erzeugnisse vorhanden sind - Bestimmung von  
zinnorganischen Verbindungen - Teil 1:  
Gaschromatographisches Verfahren (ISO/DIS 22744-1:2018)

Textiles and textile product - Critical substances  
potentially present in components of textile product  
materials - Determination of organotin compounds -  
Part 1: Method using gas chromatography (ISO/DIS  
22744-1:2018)

Textiles et produits textiles - Substances critiques  
potentiellement présentes dans les composants de  
matériaux de produits textiles - Détermination des  
composés organostanniques - Partie 1: Méthode  
utilisant la chromatographie en phase gazeuse (ISO/DIS  
22744-1:2018)

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

Dieser Europäische Norm-Entwurf wird den CEN-Mitgliedern zur parallelen Umfrage vorgelegt. Er wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 248 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



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.....	5
3 Kurzbeschreibung.....	5
4 Reagenzien.....	6
5 Geräte und Materialien.....	6
6 Herstellen des Prüfstücks.....	7
7 Durchführung.....	7
7.1 Herstellung der Natriumtetraethylboratlösung.....	7
7.2 Herstellung der Standardlösungen.....	7
7.2.1 Allgemeines.....	7
7.2.2 Interne Standard-Stammlösung (1 000 mg/l des zinnorganischen Kations).....	9
7.2.3 Interne Standard-Arbeitslösung (10 mg/l des zinnorganischen Kations).....	9
7.2.4 Zielverbindung-Stammlösung (1 000 mg/l des zinnorganischen Kations).....	9
7.2.5 Zielverbindung-Arbeitslösung (10 mg/l des zinnorganischen Kations).....	9
7.3 Herstellung der NaDDC-Lösung.....	9
7.4 Herstellung der Pufferlösung.....	9
7.5 Kalibrierung.....	10
7.6 Probenherstellung.....	10
7.7 Herstellung der Blindlösung.....	11
7.8 Gaschromatographie.....	11
7.9 Quantifizierung.....	12
7.10 Nachweisgrenze und Bestimmungsgrenze.....	13
8 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 22744-1:2018) 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 parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wurde an ISO/TS 16179 angelehnt, das vom Europäischen Komitee für Normung (CEN) und dessen Technischem Komitee CEN/TC 309 „Schuhe“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee ISO/TC 216 „Footwear“ in Übereinstimmung mit der Vereinbarung zur technischen Zusammenarbeit zwischen ISO und CEN (Wiener Vereinbarung) erarbeitet wurde. Die Anlehnung erfolgte auf der Grundlage der Erweiterung des Anwendungsbereiches auf textile Erzeugnisse.

### Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 22744-1:2018 wurde von CEN als prEN ISO 22744-1:2018 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

SIST EN ISO 22744-1:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/426348c6-8795-4ff0-9fb0-e397f21e1530/sist-en-iso-22744-1-2020>

**prEN ISO 22744-1:2018 (D)****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](http://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](http://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](http://www.iso.org/iso/foreword.html).

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 261, *Footwear* erarbeitet.

## 1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Prüfverfahren zur Bestimmung des Vorhandenseins von zinnorganischen Bestandteilen fest. Dieses Prüfverfahren gilt für alle Arten von Materialien textiler Erzeugnisse.

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

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

EN ISO 3696:1995, *Wasser für analytische Zwecke — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696:1987)*

## 3 Kurzbeschreibung

Die zinnorganischen Substanzen werden aus dem Material eines textilen Erzeugnisses mit einem Methanol-Ethanol-Gemisch mittlerer Säurestärke mit Natriumdiethyldithiocarbamat (NaDDC) 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 <sup>a</sup>
<b>Monosubstituiert</b>	n-Butylzintrichlorid	1118-46-3
	n-Octylzintrichlorid	3091-25-6
<b>Disubstituiert</b>	Di-n-butylzinndichlorid	683-18-1
	Di-n-octylzinndichlorid	3542-36-7
<b>Trisubstituiert</b>	Tri-n-butylzinnchlorid <sup>b</sup>	1461-22-9
	Triphenylzinnchlorid (oder Fentinchlorid)	639-58-7
	Tricyclohexylzinnchlorid	3091-32-5
<b>Tetrasubstituiert</b>	Tetra-n-butylzinn	1461-25-2

<sup>a</sup> Chemical Abstract Service.

<sup>b</sup> Wenn Bis(tri-n-butylzinn)oxid (TBTO), CAS-Nr. 56-35-9, vorhanden ist, wird es als Tri-n-butylzinn nachgewiesen.

## prEN ISO 22744-1:2018 (D)

### 4 Reagenzien

Sofern nicht anders festgelegt, werden ausschließlich Reagenzien mit einer anerkannter analytischen Reinheit verwendet.

- 4.1 **Wasser**, Qualität 3 nach EN ISO 3696.
- 4.2 **Ethanol**, GPR-rein oder denaturierter Industrialkohol (IMS), CAS-Nummer: 64-17-5.
- 4.3 **Eisessig**, CAS-Nummer: 64-19-7.
- 4.4 **Natriumtetraethylborat**, CAS-Nummer: 15523-24-7.
- 4.5 **Tetrahydrofuran (THF)**, stabilisiert, CAS-Nummer: 109-99-9.
- 4.6 **n-Heptylzintrichlorid**, CAS-Nummer: 59344-47-7 (interner Standard).
- 4.7 **Di-n-heptylzinndichlorid**, CAS-Nummer: 74340-12-8 (interner Standard).
- 4.8 **Tri-n-propylzinnmonochlorid**, CAS-Nummer: 2279-76-7 (interner Standard).
- 4.9 **Tetra-n-propylzinn**, CAS-Nummer: 2176-98-9 (interner Standard).
- 4.10 **Isooctan**, CAS-Nummer: 540-84-1.
- 4.11 **Inertgas**, z. B. Stickstoff, Helium oder Argon.
- 4.12 **Natriumdiethyldithiocarbamat (NaDDC)**, CAS-Nummer: 148-18-5.
- 4.13 **Methanol**, analysenrein, CAS-Nummer: 67-56-.
- 4.14 **Natriumacetat**, CAS-Nummer: 127-09-3.
- 4.15 **Zinnorganische Verbindungen**, wie in Tabelle 1 aufgeführt.

### 5 Geräte und Materialien

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

- 5.1 **GC-MS, Gaschromatograph**, mit massenselektivem Detektor (MS).
- 5.2 **Analysenwaage**, zum Messen der Masse mit einer Fehlergrenze von 0,1 mg.
- 5.3 **Glasgefäß**, mit Schraubverschluss und einem Volumen von 50 ml.
- 5.4 **Mikropipetten**, 10 µl bis 500 µl Bereich, mit Einwegspitzen.
- 5.5 **Pipette**, Volumen 1 ml bis 10 ml.
- 5.6 **Kalibriertes pH-Messgerät**, mit einer Glas-Elektrode und einem Messbereich von 0 bis 14.
- 5.7 **Ultraschallbad**, mit einstellbarer Temperatur, geeignet für den Betrieb bei etwa 60 °C.
- 5.8 **Zentrifuge**.
- 5.9 **Horizontal bewegbare mechanische Schütteleinrichtung**, eingestellt auf eine Frequenz von mindestens 50 min<sup>-1</sup>.



## 6 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.

## 7 Durchführung

**SICHERHEITSVORKEHRUNGEN** — Da Natriumtetraethylborat luftempfindlich ist und sich in Anwesenheit von Luft 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.

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

### 7.1 Herstellung der Natriumtetraethylboratlösung

Etwa 2 g Natriumtetraethylborat (4.4) werden in einen 10-ml-Messkolben eingewogen und das Volumen wird mit Tetrahydrofuran (4.5) bis zur Marke aufgefüllt.

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

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

### 7.2 Herstellung der Standardlösungen

#### 7.2.1 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  $\text{Bu}_2\text{SnCl}_2$  (Dibutylzinndichlorid) die Chloridform und  $\text{Bu}_2\text{Sn}^{2+}$  die Kationform.

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
<b>Zielverbindungen</b>		
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-butylzinnchlorid	0,891	112,2
Triphenylzinnchlorid	0,908	110,1
Tricyclohexylzinnchlorid	0,912	109,6
Tetra-n-butylzinn	1,000	100,0
<b>Interne Standards</b>		
n-Heptylzintrichlorid	0,672	148,8
Di-n-heptylzinndichlorid	0,817	122,4
Tri-n-propylzinnmonochlorid	0,875	114,3
Tetra-n-propylzinn	1,000	100,0

BEISPIEL 2 Bei einer Einwaage von 160,5 mg Monobutylzintrichlorid ( $\text{BuSnCl}_3$ ) enthält die Lösung 1 605 mg/l Monobutylzintrichlorid, was einer Konzentration von  $1\,605 \times 0,623 = 1\,000$  mg/l des Monobutylzinnkations ( $\text{BuSn}_3^+$ ) 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.

Üblicherweise wird die Konzentration des zinnorganischen Kations nach Gleichung (1) berechnet:

$$C_{\text{Sn}} = C_{\text{Cl}} \times WF \quad (1)$$

Dabei ist

$C_{\text{Sn}}$  die Konzentration des zinnorganischen Kations (mg/l);

$C_{\text{Cl}}$  die Konzentration des zinnorganischen Chlorids (mg/l);

$WF$  der Gewichtungsfaktor.