



**SLOVENSKI STANDARD**  
**oSIST prEN ISO 22744-2:2019**

**01-december-2019**

---

**Tekstilije in tekstilni izdelki - Ugotavljanje organskih sestavin - 2. del: Neposredna metoda s tekočinsko kromatografijo (ISO/DIS 22744-2:2019)**

Textiles and textile products - Determination of organotin compounds - Part 2: Direct method using liquid chromatography (ISO/DIS 22744-2:2019)

Textilien und textile Erzeugnisse - Bestimmung von zinnorganischen Verbindungen - Teil 2: Direktes Verfahren mittels Flüssigkeitschromatographie (ISO/DIS 22744-2:2019)

Textiles et produits textiles - Détermination des composés organostanniques - Partie 2: Méthode directe par chromatographie en phase liquide (ISO/DIS 22744-2:2019)

**Ta slovenski standard je istoveten z: prEN ISO 22744-2**

---

**ICS:**

59.060.01 Tekstilna vlakna na splošno Textile fibres in general

**oSIST prEN ISO 22744-2:2019**

**de**



EUROPÄISCHE NORM  
EUROPEAN STANDARD  
NORME EUROPÉENNE

ENTWURF  
prEN ISO 22744-2

Oktober 2019

ICS 59.080.01

Deutsche Fassung

Textilien und textile Erzeugnisse - Bestimmung von  
zinnorganischen Verbindungen - Teil 2: Direktes Verfahren  
mittels Flüssigkeitschromatographie (ISO/DIS 22744-2:2019)

Textiles and textile products - Determination of  
organotin compounds - Part 2: Direct method using  
liquid chromatography (ISO/DIS 22744-2:2019)

Textiles et produits textiles - Détermination des  
composés organostanniques - Partie 2: Méthode  
directe par chromatographie en phase liquide (ISO/DIS  
22744-2:2019)

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, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, 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
1 Anwendungsbereich.....	5
2 Normative Verweisungen .....	5
3 Begriffe .....	5
4 Kurzbeschreibung.....	5
5 Reagenzien.....	6
6 Geräte.....	6
6.1 Geräte und Hilfsmittel für die Probenvorbereitung.....	6
6.2 Chromatographische Ausrüstung.....	7
7 Herstellen der Messproben.....	7
8 Durchführung.....	7
8.1 Herstellung des Extraktionslösemittels (250 mg/l Tropolon in einer Methanol/ Ethanol-Mischung) .....	7
8.2 Herstellung der Standardlösungen.....	7
8.2.1 Allgemeines.....	7
8.2.2 Interne Standard-Stammlösung (1 000 mg/l des zinnorganischen Kations).....	7
8.2.3 Interne Standard-Arbeitslösung (2 mg/l des zinnorganischen Kations).....	8
8.2.4 Standard-Stammlösung (1 000 mg/l des zinnorganischen Kations).....	8
8.2.5 Standard-Arbeitslösung (10 mg/l des zinnorganischen Kations).....	8
8.3 Probenherstellung .....	9
8.4 Probenextraktion .....	9
8.5 Probenanalyse .....	9
9 Auswertung der Resultate.....	10
9.1 Kalibrierkurve.....	10
9.2 Berechnung.....	10
10 Prüfbericht.....	11
Anhang A (informativ) Beispiel für Chromatographiebedingungen.....	12
A.1 Vorbemerkung.....	12
A.2 LC-Bedingungen .....	12
A.3 MS/MS-Bedingungen .....	13
Anhang B (informativ) Beispiel für die Herstellung einer Kalibrierung.....	14
Anhang C (informativ) Zuverlässigkeit des Verfahrens .....	15

## Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 22744-2:2019) 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 parallelen Umfrage vorgelegt.

### Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 22744-2:2019 wurde von CEN als prEN ISO 22744-2:2019 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[SIST EN ISO 22744-2:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3e493831-3f14-4644-882d-2687e3f67bc3/sist-en-iso-22744-2-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3e493831-3f14-4644-882d-2687e3f67bc3/sist-en-iso-22744-2-2020>

## 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-Dokumententypen 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.

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](http://www.iso.org/iso/foreword.html).

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 38, *Textiles*, erarbeitet.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist zu finden unter [www.iso.org/members.html](http://www.iso.org/members.html).

**WARNUNG** — Die Verwendung dieser Norm umfasst gefährliche Stoffe. Sie beansprucht nicht, alle damit verbundenen Sicherheits- oder Umweltprobleme zu behandeln. Es liegt in der Verantwortung der Anwender dieser Norm, vor ihrer Anwendung Maßnahmen zu ergreifen, um die Sicherheit und den Gesundheitsschutz des Personals und der Umwelt sicherzustellen 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 anzuwenden 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 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/TS 16179, *Footwear — Critical substances potentially present in footwear and footwear components — Determination of organotin compounds in footwear materials*

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

## 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/>

### 3.1

#### **zinnorganische Kationen**

OC

(en: organotin cations)

Teil einer zinnorganischen Verbindung, der alle Sn-C-Bindungen enthält

Anmerkung 1 zum Begriff: In diesem Dokument schließt die Abkürzung OC die Kationen MBT, DBT, TBT, MOT, DOT, TOT, TCyT und TPhT ein.

### 3.2

#### **zinnorganische Verbindungen**

OTC

(en: organotin compounds)

Substanz mit mindestens einer Sn-C-Bindung

## 4 Kurzbeschreibung

Die zinnorganischen Verbindungen werden aus textilen Messproben mit einem Methanol-Ethanol-Gemisch mittlerer Säurestärke mit Tropolon als Komplexbildner extrahiert. Die im Extraktionsverfahren gebildeten

## prEN ISO 22744-2:2019 (D)

Komplexe aus mono- und disubstituierten zinnorganischen Verbindungen mit Tropolon und trisubstituierte zinnorganische Verbindungen werden direkt mit einem Flüssigkeitschromatographen mit einem Tandem-Massenspektrometer (LC-MS/MS, en: liquid chromatograph with a tandem mass spectrometer) analysiert. Dieses Verfahren erfordert keinen zusätzlichen Derivatisierungsschritt.

## 5 Reagenzien

Sofern nicht anders festgelegt, müssen analysenreine Chemikalien verwendet werden.

### 5.1 Zinnorganische Verbindungen

5.1.1 **n-Butylzintrichlorid**, CAS-Nummer: 1118-46-3.

5.1.2 **n-Octylzintrichlorid**, CAS-Nummer: 3091-25-6.

5.1.3 **Di-n-butylzinndichlorid**, CAS-Nummer: 683-18-1.

5.1.4 **Di-n-octylzinndichlorid**, CAS-Nummer: 3542-36-7.

5.1.5 **Tri-n-butylzinnchlorid**, CAS-Nummer: 1461-22-9.

5.1.6 **Triphenylzinnchlorid**, CAS-Nummer: 639-58-7.

5.1.7 **Tricyclohexylzinnchlorid**, CAS-Nummer: 3091-32-5.

5.1.8 **Tri-n-octylzinnchlorid**, CAS-Nummer: 2587-76-0.

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

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

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

5.2 **Wasser** (Reinheitsgrad für HPLC).

5.3 **Methanol** (Reinheitsgrad für HPLC).

5.4 **Ethanol** (Reinheitsgrad für HPLC).

5.5 **Ammoniumformiat** (Reinheitsgrad für HPLC).

5.6 **Ameisensäure** (Reinheitsgrad für HPLC).

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

## 6 Geräte

### 6.1 Geräte und Hilfsmittel für die Probenvorbereitung

6.1.1 **Analysenwaage mit einer Auflösung von 0,001 g.**

6.1.2 **Glasvial mit Schraubkappe** (zur Vorbehandlung der Probe, z. B. 40 ml).

6.1.3 **Ultraschall-Wasserbad, mit einstellbarer Temperatur, geeignet für den Betrieb bei 60 °C.**



**6.1.4 Einwegspritze und Spritzenfilter** (mit einer Porengröße von 0,45 µm oder weniger).

**6.1.5 Glasvial** (mit Septumkappe für HPLC, z. B. 2 ml).

**6.1.6 Messkolben** (10 ml, 100 ml und 500 ml).

**6.1.7 Becherglas.**

**6.1.8 Mikropipette** (10 µl bis 1 000 µl Bereich und 1 000 µl bis 5 000 µl Bereich, mit Einwegspitzen).

## 6.2 Chromatographische Ausrüstung

**6.2.1 Flüssigkeitschromatograph mit Tandem-Massenspektrometer** (LC-MS/MS).

**6.2.2 C18-Umkehrphasensäule für den Flüssigkeitschromatographen.**

## 7 Herstellen der Messproben

Die Messprobe 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 5 mm entstehen.

## 8 Durchführung

### 8.1 Herstellung des Extraktionslösemittels (250 mg/l Tropolon in einer Methanol/Ethanol-Mischung)

Mit der Analysenwaage (6.1.1) werden 0,125 g Tropolon (5.7) in ein Becherglas eingewogen und in etwa 20 ml Methanol (5.3)/Ethanol (5.4)-Mischung (80/20 in Volumen) gelöst. In einem Messkolben wird die Lösung auf 500 ml verdünnt. Für andere Volumina wird das Extraktionslösemittel mit den gleichen Konzentrationen hergestellt.

Diese Lösung kann, wenn sie in einem Kühlschrank bei etwa 6 °C gelagert wird, über eine Dauer von höchstens einem Monat nach ihrer Herstellung verwendet werden.

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

#### 8.2.2 Interne Standard-Stammlösung (1 000 mg/l des zinnorganischen Kations)

Mit der Analysenwaage (6.1.1) werden die geeigneten Mengen Tri-n-propylzinndichlorid (5.1.11), Di-n-heptylzinndichlorid (5.1.10) und n-Heptylzinndichlorid (5.1.9) eingewogen. Sie werden zusammen mit Methanol (5.3) in einem 100-ml-Messkolben gelöst und bis zum gekennzeichneten Volumen aufgefüllt.

Die Standardlösung wird bei Nichtgebrauch höchstens ein Jahr in einem Kühlschrank bei etwa 6 °C gelagert, um das Verdampfen des Lösemittels zu minimieren.

## prEN ISO 22744-2:2019 (D)

**8.2.3 Interne Standard-Arbeitslösung (2 mg/l des zinnorganischen Kations)**

Mithilfe der Mikropipette (6.1.8) werden 0,2 ml Stammlösung (8.2.2) in einen 100-ml-Messkolben überführt und mit Methanol (5.3) bis zum gekennzeichneten Volumen aufgefüllt.

Das entspricht jeweils einer 2 mg/l Arbeitslösung für die drei internen Standards.

**8.2.4 Standard-Stammlösung (1 000 mg/l des zinnorganischen Kations)**

Mit der Analysenwaage (6.1.1) werden geeignete Mengen von in Tabelle 1 festgelegten Zinnverbindungen eingewogen. Sie werden zusammen mit Methanol (5.3) in einem 100-ml-Messkolben gelöst und bis zum gekennzeichneten Volumen aufgefüllt.

Die Standardlösung wird bei Nichtgebrauch höchstens ein Jahr in einem Kühlschrank bei etwa 6 °C gelagert, um das Verdampfen des Lösemittels zu minimieren.

**8.2.5 Standard-Arbeitslösung (10 mg/l des zinnorganischen Kations)**

Mithilfe der Mikropipette (6.1.8) werden 1,0 ml Stammlösung (8.2.4) in einen 100-ml-Messkolben überführt und mit Methanol (5.3) bis zum gekennzeichneten Volumen aufgefüllt.

**Tabelle 1 — Mengen der zinnorganischen Verbindungen und Gewichtungsfaktor für die Rückberechnung der zinnorganischen Kationen (für 100%ig reine Verbindungen)**

OTC	OC	Abkürzung <sup>a</sup>	Gewichtungsfaktor <sup>b</sup>	Masse <sup>c</sup> mg
Standards				
n-Butylzintrichlorid	n-Butylzinnkation	MBT	0,623	160,5
n-Octylzintrichlorid	n-Octylzinnkation	MOT	0,686	145,8
Di-n-butylzinndichlorid	Di-n-butylzinnkation	DBT	0,767	130,4
Di-n-octylzinndichlorid	Di-n-octylzinnkation	DOT	0,830	120,5
Tri-n-butylzinnchlorid	Tri-n-butylzinnkation	TBT	0,891	112,2
Tri-n-octylzinnchlorid	Tri-n-octylzinnkation	TOT	0,929	107,6
Triphenylzinnchlorid	Triphenylzinnkation	TPhT	0,908	110,1
Tricyclohexylzinnchlorid	Tricyclohexylzinnkation	TCyT	0,912	109,6
Interne Standards				
n-Heptylzintrichlorid	n-Heptylzinnkation	MHT	0,672	148,8
Di-n-heptylzinndichlorid	Di-n-heptylzinnkation	DHT	0,817	122,4
Tri-n-propylzinnchlorid	Tri-n-propylzinnkation	TPT	0,875	114,3
<sup>a</sup> Die Abkürzungen entsprechen den zinnorganischen Verbindungen (OTC) und zinnorganischen Kationen (OC). <sup>b</sup> Gewichtungsfaktor = Molmasse (OC)/Molmasse (OTC). <sup>c</sup> Wenn die Masse der eingewogenen Verbindungen von der in dieser Tabelle angegebenen Masse abweicht, wird der Gewichtungsfaktor zur Berechnung der tatsächlichen Konzentration der OC verwendet.				