

E DIN 54231:2021-11 (D)

Erscheinungsdatum: 2021-10-22

Textilien - Bestimmung von Farbstoffen nach Methanolextraktion

Inhalt	Seite
Vorwort	5
1 Anwendungsbereich.....	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Symbole und Abkürzungen	7
5 Kurzbeschreibung.....	8
6 Reagenzien	8
7 Prüfeinrichtung.....	9
8 Probenahme und Vorbereitung der Messproben	9
9 Durchführung	9
9.1 Extraktion	9
9.2 Bestimmung mit LC.....	10
9.2.1 Allgemeines.....	10
9.2.2 Kalibrierung.....	10
10 Angabe der Ergebnisse	10
10.1 Berechnung des Farbstoffgehaltes	10
10.2 Präzision des Verfahrens.....	10
11 Prüfbericht	10
Anhang A (normativ) Charakterisierung der Farbstoffe.....	12
Anhang B (informativ) Beispiele chromatographischer Verfahren	16
B.1 Flüssigchromatographie-Verfahren (LC-DAD) für Dispersionsfarbstoffe und karzinogene Farbstoffe	16
B.1.1 LC-System mit einem Druck über 400 bar (UHPLC).....	16
B.1.2 LC-System mit einem maximalen Druck von 400 bar (HPLC).....	17
B.2 LC-DAD-MS-Verfahren für Dispersionsfarbstoffe	19
B.2.1 Chromatographische Bedingungen für die LC-DAD-MS (HPLC bis max. 400 bar).....	19
B.2.2 Geräteparameter für das LC-DAD-MS-Verfahren.....	20
B.2.3 Messparameter für das LC-DAD-MS-Verfahren	20
B.3 Flüssigchromatographie-Verfahren (LC-MS/MS) für Dispersionsfarbstoffe, karzinogene und andere Farbstoffe (HPLC bis max. 400 bar)	21
B.3.1 LC-Parameter	21
B.3.2 MS/MS-Parameter	22
Anhang C (informativ) Erläuterungen zu einzelnen Farbstoffen und Farbstoffgemischen.....	27
C.1 Allgemeines	27
C.2 Disperse Blue 3	27
C.3 Disperse Blue 35 und Disperse Blue 26	29
C.4 Disperse Yellow 39	33
C.5 Disperse Yellow 49	34
C.6 Verunreinigungen von Farbstoffen	35
C.7 Zersetzung von Disperse Blue 124	38
C.8 Bedeutung von Michlers Base und Michlers Keton für Textilien.....	38

Anhang D (informativ) Ergebnisse von Ringversuchen	39
D.1 Präzision des LC-DAD-MS-Verfahrens	39
D.2 Nachweisgrenze der LC-DAD-MS-Technik	39
D.3 Messunsicherheiten aus diversen Ringversuchen	39
Anhang E (informativ) Berechnung	42
Literaturhinweise	43

Bilder

Bild C.1 — Strukturformel von Disperse Blue 3	28
Bild C.2 — Beispiel eines Chromatogramms von Disperse Blue 3	29
Bild C.3 — Strukturformeln von Disperse Blue 35 der drei unterschiedlichen CAS-Nummern.....	30
Bild C.4 — 1,5-Diamino-4,8-dihydroxy-6-phenoxyanthrachinon mit CAS-Nr. 13716-91-1	30
Bild C.5 — Strukturformeln von Disperse Blue 26 der drei unterschiedlichen CAS-Nummern, die in technischen Gemischen vorkommen	31
Bild C.6 —Chromatogramm von Disperse Blue 35/26 eines für die DIN-Arbeitsgruppe synthetisierten Farbstoffes, bei dem die Methyl- und Dimethylisomeren angereichert sind	33
Bild C.7 — Strukturformeln von Disperse Yellow 39 der zwei unterschiedlichen CAS-Nummern	33
Bild C.8 — Strukturformel von Disperse Yellow 49 mit CAS-Nr. 54824-37-2	34
Bild C.9 — Strukturformel von Disperse Yellow 49 mit CAS-Nr. 6858-49-7	35
Bild C.10 — Chromatogramme mit Verunreinigungen.....	36
Bild C.11 — Chromatogramm mit Verunreinigungen	38

Tabellen

Tabelle A.1 — Auflistung ausgewählter Farbstoffe.....	12
Tabelle B.1 — Referenzsubstanzen (karzinogene Farbstoffe und andere Farbstoffe) und LC-DAD-Retentionszeiten.....	17
Tabelle B.2 — Referenzsubstanzen und LC-MS-Retentionszeiten	20
Tabelle B.3 — Referenzsubstanzen (karzinogene und andere Farbstoffe) und LC-MS/MS-Retentionszeiten	22
Tabelle C.1 —Liste der verschiedenen Moleküle, die in technischen Gemischen des Disperse Blue 35 vorkommen und deren Ionen-Massen, die mit LC-MS zu finden sind	31
Tabelle C.2 — Liste der verschiedenen Moleküle, die in technischen Gemischen des Disperse Blue 26 vorkommen und deren Ionen-Massen, die mit LC-MS zu finden sind	31
Tabelle C.3 — Disperse Yellow 39 zwei Molekülvorschläge mit entsprechender CAS-Nr.	33

Tabelle D.1 — Messunsicherheiten von Azo-Farbstoffen	40
Tabelle D.2 — Messunsicherheiten von Methinfarbstoffen.....	41
Tabelle D.3 — Messunsicherheiten von Anthrachinonfarbstoffen.....	41