

# DIN 54231:2022-09 (D)

## 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.....   | 10    |
| 9.1 Extraktion.....   | 10    |
| 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.....  | 11    |
| 11 Prüfbericht.....   | 11    |
| 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.....   | 39    |
| C.8 Bedeutung von Michlers Base und Michlers Keton für Textilien.....   | 39    |

|   |    |
|---|----|
| Anhang D (informativ) Zuverlässigkeit des Verfahrens..... | 40 |
| D.1 Präzision des LC-DAD-MS-Verfahrens.....               | 40 |
| D.2 Nachweisgrenze der LC-DAD-MS-Technik .....            | 40 |
| D.3 Messunsicherheiten aus diversen Ringversuchen .....   | 40 |
| Anhang E (informativ) Berechnung.....                     | 43 |
| Literaturhinweise.....                                    | 44 |

## 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 3 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 3 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 2 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 von Basic Violet 1 und Solvent Violet 8 mit üblichen Verunreinigungen .....  | 37 |
| Bild C.11 — Chromatogramme von Basic Violet 3 und Solvent Violet 9 mit üblichen Verunreinigungen .....  | 38 |

## Tabellen

|  |    |
|--|----|
| Tabelle A.1 — Auflistung ausgewählter Farbstoffe.....  | 12 |
| Tabelle B.1 — Referenzsubstanzen und LC-DAD-Retentionszeiten .....   | 17 |
| Tabelle B.2 — Referenzsubstanzen und LC-MS-Retentionszeiten .....  | 20 |
| Tabelle B.3 — Referenzsubstanzen 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 mit zwei Molekülvorschlägen und entsprechender CAS-Nr. ....   | 33 |

|  |           |
|--|-----------|
| <b>Tabelle D.1 — Messunsicherheiten von Azo-Farbstoffen .....</b>        | <b>41</b> |
| <b>Tabelle D.2 — Messunsicherheiten von Methinfarbstoffen.....</b>       | <b>42</b> |
| <b>Tabelle D.3 — Messunsicherheiten von Anthrachinonfarbstoffen.....</b> | <b>42</b> |