

# 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>