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**

Tabelle D.1 — Messunsicherheiten von Azo-Farbstoffen 41

Tabelle D.2 — Messunsicherheiten von Methinfarbstoffen 42

Tabelle D.3 — Messunsicherheiten von Anthrachinonfarbstoffen 42