

DIN 54231**DIN**

ICS 59.080.01

**Textilien –
Nachweis von Dispersionsfarbstoffen**

Textiles –
Detection of disperse dyestuffs

Textiles –
Détection des colorants dispersés

Gesamtumfang 11 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweisungen	3
3 Kurzbeschreibung des Verfahrens	3
4 Reagenzien	3
5 Geräte und Hilfsmittel für die Probenaufbereitung	4
6 Probenahme	4
7 Extraktion	5
8 Chromatographische Bestimmung	5
9 Prüfbericht	9
Anhang A (informativ) Beispiele für LC-Chromatogramme	10
Bilder	
Bild A.1 — Multistandard [10mg/l] ESI+-LCMS-Chromatogramm (quantitatives Verfahren)	10
Bild A.2 — Multistandard [10mg/l] LC-DAD-Chromatogramm	11

Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuss NMP 512 „Textilchemische Prüfverfahren und Fasertrennung“ des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V. erstellt.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Analysenverfahren zum Nachweis von extrahierbaren Dispersionsfarbstoffen in textilen Erzeugnissen und Komponenten fest, z. B. Reißverschlüssen, Knöpfen, Etiketten, Garnen und Applikationen aus Garn oder Druck. Es ist ein Konventionsverfahren, nach dem die Verwendung eines Farbstoffs als nachgewiesen gilt, wenn im Extrakt ein Gehalt dieses Farbstoffs von mehr als 5 mg/l bestimmt und die Farbstoffidentifizierung über zwei unterschiedliche Analysenverfahren abgesichert wurde.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. 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).

DIN 32645, *Chemische Analytik — Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze — Ermittlung unter Wiederholbedingungen — Begriffe, Verfahren, Auswertung*

3 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die zerkleinerte Probe wird in einem geschlossenen Gefäß mit Methanol im Ultraschallbad extrahiert. Der Extrakt wird filtriert und danach ohne zusätzliche Probenaufreinigung z. B. mit Hochleistungsflüssigchromatographie (HPLC) oder Dünnschichtchromatographie (DC) chromatographisch getrennt. Der Nachweis kann z. B. mit optischer (UV/VIS) und massenspektroskopischer (MS) Detektion oder mittels Densitometrie durchgeführt werden.

4 Reagenzien

4.1 Methanol

4.2 Acetonitril, chromatographische Reinheit

4.3 Ammoniumacetat, analytische Reinheit

4.4 Referenzsubstanzen

Die in Tabelle 1 gelisteten Substanzen sind in einer definierten Reinheit (Chromophorgehalt) zu verwenden.

Zu beachten ist die geringe Haltbarkeit von gelöstem C. I. Blau 124. Der Gehalt des daraus entstehenden C. I. Blau 106 wird dadurch erhöht.

Tabelle 1 — Referenzsubstanzen

Lfd. Nr	Dispersionsfarbstoff (Colour Index-Bezeichnung) ^a	CAS-Nr ^b	Summen-Formel
1	C.I. Blau 1	2475-45-8	C ₁₄ H ₁₂ O ₂ N ₄
2	C.I. Blau 3	2475-46-9	C ₁₇ H ₁₆ O ₃ N ₂
3	C.I. Blau 35	56524-77-7	C ₁₅ H ₁₂ O ₄ N ₂
		56524-76-6	C ₁₆ H ₁₄ O ₄ N ₂
4	C.I. Blau 106	12223-01-7	C ₁₄ H ₁₇ O ₃ N ₅ S
5	C.I. Blau 124	61951-51-7	C ₁₆ H ₁₉ O ₄ N ₅ S
6	C.I. Gelb 3	2832-40-8	C ₁₅ H ₁₅ O ₂ N ₃
7	C.I. Orange 3	730-40-5	C ₁₂ H ₁₀ O ₂ N ₄
8	C.I. Orange 37/76/59	13301-61-6	C ₁₇ H ₁₅ O ₂ N ₅ C ₁₂
9	C.I. Rot 1	2872-52-8	C ₁₆ H ₁₈ O ₃ N ₄

^a Der Colour Index (3. Auflage) wird veröffentlicht von der Society of Dyers and Colourists, P.O. Box 244, Perkin House, 82 Grattan Road, Bradford BD1 2JB, West Yorkshire, United Kingdom und der American Association of Textile Chemists and Colorists, P.O. Box 12215, Research Triangle Park, North Carolina 27709, USA

^b Chemical Abstracts Service Nummer

5 Geräte und Hilfsmittel für die Probenaufbereitung

Übliche Laboratoriumsausrüstung, ferner

5.1 Analysenwaage (Auflösung mindestens 0,1 mg).

5.2 40-ml-Glasgefäß Höhe 95 mm; Durchmesser 27,5 mm; Wandstärke 1,3 mm, mit Polytetrafluorethylen (PTFE)-Schraubverschluss Durchmesser 22 mm.

5.3 beheizbares Ultraschall-Wasserbad mit einer HF-Leistung von mindestens 160 Watt Effektivleistung. Das Ultraschallbad muss bis zur angegebenen Füllstandshöhe gefüllt sein, destilliertes Wasser darf nicht verwendet werden. Ein 1%iger (Massenanteil) Salz- bzw. Tensidzusatz nach Herstellerangabe wird empfohlen.

5.4 PTFE-Membranfilter mit einer Porenweite von 0,45 µm.

5.5 1-ml-Probengeber-Glasgefäß mit PTFE-Verschluss.

6 Probenahme

Textilproben von homogener Beschaffenheit sind in Stücke mit 0,5 cm Kantenlänge zu zerkleinern.