

DIN EN ISO 14362-1



ICS 59.080.01

Ersatz für
DIN EN 14362-1:2012-04

**Textilien –
Verfahren für die Bestimmung bestimmter aromatischer Amine aus
Azofarbstoffen –
Teil 1: Nachweis der Verwendung bestimmter Azofarbstoffe mit und ohne
Extraktion der Fasern (ISO 14362-1:2017);
Deutsche Fassung EN ISO 14362-1:2017**

Textiles –
Methods for determination of certain aromatic amines derived from azo colorants –
Part 1: Detection of the use of certain azo colorants accessible with and without extracting the
fibres (ISO 14362-1:2017);
German version EN ISO 14362-1:2017

Textiles –
Méthodes de détermination de certaines amines aromatiques dérivées de colorants
azoïques –
Partie 1 : Détection de l'utilisation de certains colorants azoïques accessibles avec ou sans
extraction (ISO 14362-1:2017);
Version allemande EN ISO 14362-1:2017

Gesamtumfang 41 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 14362-1:2017) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 248 „Textilien und textile Erzeugnisse“, dessen Sekretariat von BSI (Vereinigtes Königreich) gehalten wird, in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee ISO/TC 38 „Textiles“, erarbeitet.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-05-12 AA „Textilchemische Prüfverfahren und Fasertrennung“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 3696	siehe DIN ISO 3696
ISO 14362-3	siehe DIN EN ISO 14362-3

Änderungen

Gegenüber DIN EN 14362-1:2012-04 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Umstellung der Extraktion von Chlorbenzol auf Xylol;
- b) Trennung der Verfahren mit und ohne Extraktion, da die kombinierte Methode nicht mehr existiert;
- c) Vorgehen bei Pigmentfärbungen wurde klarer beschrieben;
- d) redaktionelle Änderungen.

Frühere Ausgaben

DIN EN 14362-1: 2003-12, 2012-04
DIN EN 14362-1 Berichtigung 1: 2005-06
DIN EN 14362-2: 2003-12
DIN EN 14362-2 Berichtigung 2: 2005-06

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 14362-3, *Textilien — Verfahren für die Bestimmung bestimmter aromatischer Amine aus Azofarbstoffen — Teil 3: Nachweis der Verwendung gewisser Azofarbstoffe, die 4-Aminoazobenzol freisetzen können*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

Deutsche Fassung

Textilien —
Verfahren für die Bestimmung bestimmter
aromatischer Amine aus Azofarbstoffen —
Teil 1: Nachweis der Verwendung bestimmter Azofarbstoffe
mit und ohne Extraktion der Fasern
(ISO 14362-1:2017)

Textiles —
Methods for determination of certain aromatic
amines derived from azo colorants —
Part 1: Detection of the use of certain azo colorants
accessible with and without extracting the fibres
(ISO 14362-1:2017)

Textiles —
Méthodes de détermination de certaines amines
aromatiques dérivées de colorants azoïques —
Partie 1: Détection de l'utilisation de certains colorants
azoïques accessibles avec ou sans extraction
(ISO 14362-1:2017)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 21. Dezember 2016 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum des CEN-CENELEC oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort.....	4
Vorwort.....	5
1 Anwendungsbereich.....	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Allgemeines.....	6
5 Kurzbeschreibung.....	8
6 Sicherheitsmaßnahmen	8
7 Chemikalien	8
8 Geräte und Hilfsmittel	10
9 Probenahme und Vorbereitung der Messproben	11
9.1 Allgemeines.....	11
9.2 Textilartikel	11
9.3 Faserzusammensetzung.....	12
9.4 Fasermischungen	12
9.5 Gefärbte Materialien mit Pigmenten	13
9.6 Farben	13
9.6.1 Allgemeines.....	13
9.6.2 Mischprobe aus verschiedenen Farben	13
9.6.3 Herstellung von Messproben aus 3 Farben	13
10 Durchführung.....	13
10.1 Extraktion von Dispersionsfarbstoffen mit Xylol	13
10.2 Textilien gefärbt mit Pigmenten und/oder gefärbt mit anderen Farbstoffen als Dispersionsfarbstoffen.....	14
10.3 Reduktive Spaltung.....	14
10.4 Trennung und Einengung der Amine.....	14
10.5 Nachweis und quantitative Bestimmung der Amine	14
10.5.1 Nachweis von Anilin und 1,4-Phenylendiamin (Indikatorsubstanzen für 4- Aminoazobenzol)	15
10.5.2 In Abhängigkeit von der instrumentellen Ausstattung zur Quantifizierung/anderen Quellen von falsch positiv Ergebnissen.....	15
10.6 Überprüfung des Verfahrens.....	16
10.6.1 Allgemeines.....	16
10.6.2 Kalibrierung mithilfe eines Internen Standards (quantitative Bestimmung durch Gaschromatographie)	16
10.6.3 Kalibrierung ohne Internen Standard.....	16
10.6.4 Wiederfindung der Amine.....	17
11 Auswertung	17
11.1 Allgemeines.....	17
11.2 Berechnung des Amins in der Probe.....	17
11.3 Zuverlässigkeit des Verfahrens	17
12 Prüfbericht	18

Anhang A (informativ) Chromatographische Verfahren.....	19
Anhang B (informativ) Zuverlässigkeit des Verfahrens	23
Anhang C (informativ) Bewertungsleitfaden — Interpretation der analytischen Ergebnisse	25
Anhang D (informativ) Erklärende Tabelle zu den Farbstoffen, die in verschiedenen textilen Materialien verwendet werden	32
Anhang E (informativ) Verfahren zur Flüssig-Flüssig-Extraktion ohne Kieselgursäulen.....	33
Anhang F (normativ) Farbstoffe — Verfahren zur Bestimmung von bestimmten aromatischen Aminen.....	36
Anhang G (informativ) Pigmente	37
Literaturhinweise	39

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 14362-1:2017) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 38 „Textiles“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 248 „Textilien und textile Erzeugnisse“ erarbeitet, dessen Sekretariat von BSI gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis August 2017, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis August 2017 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN 14362-1:2012.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 14362-1:2017 wurde vom CEN als EN ISO 14362-1:2017 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der empfangenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Europäischen Komitee für Normung (CEN) Technisches Komitee CEN/TC 248, *Textilien und textile Erzeugnisse*, in Zusammenarbeit mit dem ISO Technical Committee ISO/TC 38, *Textiles*, in Übereinstimmung mit der Vereinbarung zur technischen Zusammenarbeit zwischen ISO und CEN (Wiener Vereinbarung) erarbeitet.

Diese erste Ausgabe von ISO 14362-1 ersetzt ISO 24362-1:2014, die technisch überarbeitet wurde.

Es folgt eine Liste der wesentlichen technischen Änderungen zwischen dieser Ausgabe und ISO 24362-1:2014:

- Ergänzung eines neuen Abschnitts 3 und Neunummerierung;
- Änderungen an Abschnitt 5 „Kurzbeschreibung“, wobei das kombinierte Verfahren entfernt wurde, da sich herausgestellt hat, dass die Ergebnisse in gewissen Fällen nicht korrekt waren;
- Änderungen an Abschnitt 9 „Probenahme und Vorbereitung der Messproben“ zur besseren Erläuterung;
- Änderungen an Abschnitt 10 „Durchführung“ zur Verbesserung des Verfahrens einschließlich des Einsatzes von Xylol als Ersatz für Chlorbenzol (Gründe: geringere Toxizität und geringere schädliche Umweltauswirkungen des Xylols);
- Erweiterung des Anhangs C „Bewertungsleitfaden — Interpretation der analytischen Ergebnisse“ mit Beispielen für falsch positive Ergebnisse, empfohlenen Verfahrensweisen und Vorschlägen für Anmerkungen im Prüfbericht;
- Hinzufügen des Anhangs G „Pigmente“.

Eine Liste mit allen Teilen der Normenreihe ISO 14362 kann auf der ISO-Webseite gefunden werden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument beschreibt ein Verfahren zum Verwendungsnachweis bestimmter Azofarbstoffe, die bei der Herstellung oder Behandlung bestimmter Bedarfsgegenstände aus Textilfasern nicht verwendet werden dürfen und die mit und ohne vorherige Extraktion dem reduzierenden Agens zugänglich sind.

Azofarbstoffe, die ohne vorherige Extraktion dem reduzierenden Agens zugänglich sind, sind solche, die zum Färben mit Pigmenten oder zum Farbstofffärben benutzt werden von

- Zellulosefasern (z. B. Baumwolle, Viskose),
- Eiweißfaserstoffen (z. B. Wolle, Seide) und
- Synthefasern (z. B. Polyamid, Acryl).

Azofarbstoffe, die durch vorherige Extraktion zugänglich sind, sind diejenigen, die zum Färben von Kunstfasern mit Dispersionsfarbstoffen verwendet werden. Die folgenden Kunstfasern können mit Dispersionsfarbstoffen gefärbt werden: Polyester, Polyamid, Acetat, Triacetat, Acryl- und Chlorfaser.

Das Verfahren ist relevant für alle farbigen Textilien, z. B. gefärbte, bedruckte und beschichtete Textilien.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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).

ISO 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

3 Begriffe

Es werden keine Begriffe in diesem Dokument angegeben.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- IEC Electropedia: unter <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online Browsing Platform: unter <http://www.iso.org/obp>

4 Allgemeines

Gewisse Azofarbstoffe können eine oder mehrere der folgenden aromatischen Amine durch reduktive Spaltung der Azogruppe(n) freisetzen.

Tabelle 1 — Zu untersuchende aromatische Amine^c

Nr.	CAS-Nummer	Index-Nummer	EG-Nummer	Substanzen
1	92-67-1	612-072-00-6	202-177-1	Biphenyl-4-ylamin 4-Aminobiphenyl Xenylamin
2	92-87-5	612-042-00-2	202-199-1	Benzidin
3	95-69-2	612-196-00-0	202-441-6	4-Chlor-o-toluidin
4	91-59-8	612-022-00-3	202-080-4	2-Naphthylamin
5 ^a	97-56-3	611-006-00-3	202-591-2	o-Aminoazotoluol 4-Amino-2',3-dimethylazobenzol 4-o-Tolylazo-o-toluidin
6 ^a	99-55-8	612-210-00-5	202-765-8	5-Nitro-o-toluidin 2-amino-4-nitrotoluol
7	106-47-8	612-137-00-9	203-401-0	4-Chloroanilin
8	615-05-4	612-200-00-0	210-406-1	4-Methoxy-m-phenylendiamin 2,4-Diaminoanisol
9	101-77-9	612-051-00-1	202-974-4	4,4'-Methylendianilin 4,4'-Diaminodiphenylmethan
10	91-94-1	612-068-00-4	202-109-0	3,3'-Dichlorbenzidin 3,3'-Dichlorbiphenyl-4,4'-ylendiamin
11	119-90-4	612-036-00-X	204-355-4	3,3'-Dimethoxybenzidin o-Dianisidin
12	119-93-7	612-041-00-7	204-358-0	3,3'-Dimethylbenzidin 4,4'-Bi-o-toluidin
13	838-88-0	612-085-00-7	212-658-8	4,4'-Methylendi-o-toluidin
14	120-71-8	612-209-00-X	204-419-1	6-Methoxy-m-toluidin p-Kresidin
15	101-14-4	612-078-00-9	202-918-9	4,4'-Methylen-bis-(2-chloro-anilin) 2,2'-Dichlor-4,4'-methylen-dianilin
16	101-80-4	612-199-00-7	202-977-0	4,4'-Oxydianilin
17	139-65-1	612-198-00-1	205-370-9	4,4'-Thiodianilin
18	95-53-4	612-091-00-X	202-429-0	o-Toluidin 2-Aminotoluol
19	95-80-7	612-099-00-3	202-453-1	4-Methyl-m-phenylendiamin 2,4-Toluylendiamin 2,4-Diaminotoluol
20	137-17-7	612-197-00-6	205-282-0	2,4,5-Trimethylanilin
21	90-04-0	612-035-00-4	201-963-1	o-Anisidin 2-Methoxyanilin
22 ^b	60-09-3	611-008-00-4	200-453-6	4-Aminoazobenzol

^a Die CAS-Nummern 97-56-3 (Nr. 5) und 99-55-8 (Nr. 6) werden weiter reduziert zu den CAS-Nummern 95-53-4 (Nr. 18) und 95-80-7 (Nr. 19).

^b Azofarbstoffe, die 4-Aminoazobenzol bilden können, erzeugen unter der Bedingung dieses Verfahrens Anilin (CAS-Nummer 62-53-3) und 1,4-Phenylendiamin (CAS-Nummer 106-50-3). Aufgrund der Nachweisgrenzen ist es möglich, dass nur Anilin nachgewiesen wird. Wenn Anilin mit mehr als 5 mg/kg nachgewiesen wird, sollte die Anwesenheit dieser Farbstoffe unter Verwendung von ISO 14362-3 geprüft werden.

^c Die zu untersuchenden aromatischen Amine entsprechen den verbotenen aromatischen Aminen unter Verordnung (EG) Nr. 1907/2006 des Europäischen Parlaments und des Rates vom 18. Dezember 2006 zur Registrierung, Bewertung, Zulassung und Beschränkung chemischer Stoffe (REACH) zur Schaffung einer Europäischen Agentur für chemische Stoffe.

5 Kurzbeschreibung

Nach der Auswahl der farbigen Messprobe aus dem textilen Erzeugnis wird die Messprobe mit der Methode mit Farbstoffextraktion für Dispersionsfarbstoffe und/oder mit der Methode der direkten Reduktion für die anderen Farbstoffklassen (Pigmente und/oder Farbstoffe) geprüft.

Die Anwendung eines der beiden Verfahren beruht auf der Faserart der Messprobe (zusammengesetzt aus der reinen Faser oder aus Fasermischungen) und der Farbbehandlung (Färbe- oder Druckverfahren). Bei der Anwendung des Verfahrens der Farbstoffextraktion für Dispersionsfarbstoffe wird der Farbstoff zuerst aus der Faser im Dampfraum (siehe Bild 1) mittels Xylol unter Rückfluss extrahiert. Der Extrakt wird eingeeengt und mit Methanol in das Reaktionsgefäß zur nachfolgenden Reduktion mit Natriumdithionit in einer wässrigen Citrat-Pufferlösung ($\text{pH} = 6$) bei $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ überführt.

Falls die textile Probe nach der Xylol-Extraktion nicht vollständig entfärbt wurde, muss eine neue Messprobe vorbereitet werden und mit dem Verfahren für nichtextrahierbare Farbstoffklassen neu bearbeitet werden. Wenn das Verfahren für nichtextrahierbare Farbstoffklassen durchgeführt wird, wird die Messprobe mit Natriumdithionit in einer wässrigen Citrat-Pufferlösung ($\text{pH} = 6$) bei $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ in einem geschlossenen Gefäß behandelt.

Nach der Reduktion werden die in dem Prozess freigesetzten Amine unter Anwendung der Flüssig-Flüssig-Extraktion mit Kieselgursäulen in eine *tert*-Butylmethylether-Phase überführt. Der *tert*-Butylmethylether-Extrakt wird anschließend eingeeengt, und der Rückstand wird in einem für den Nachweis und die Bestimmung mittels chromatographischer Verfahren geeigneten Lösemittel aufgenommen (siehe Anhang A).

Ein Screeningverfahren mit Flüssig-Flüssig-Extraktion ohne Kieselgursäulen wird in Anhang E beschrieben.

Wenn eines der Amine durch ein chromatographisches Verfahren nachgewiesen wurde, muss dies durch die Verwendung eines oder mehrerer alternativen Verfahren bestätigt werden.

6 Sicherheitsmaßnahmen

WARNUNG — Die in Abschnitt 4 aufgeführten Substanzen [Amine] sind als Substanzen eingestuft, die beim Menschen bekanntermaßen Krebs erzeugen bzw. die als krebserzeugend für den Menschen anzusehen sind.

Jeglicher Umgang mit und die Entsorgung von diesen Substanzen muss unter strikter Einhaltung der entsprechenden nationalen Sicherheits- und Gesundheitsbestimmungen erfolgen.

Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, bei der Durchführung dieses Prüfverfahrens sichere und geeignete Techniken im Umgang mit den Materialien anzuwenden. Hinsichtlich besonderer Einzelheiten, wie Datenblätter zur Materialsicherheit und anderen Empfehlungen, sind die Hersteller zu konsultieren.

7 Chemikalien

Wenn nicht anders angegeben, müssen analysenreine Chemikalien verwendet werden.

7.1 Xylol (Isomerengemisch) CAS-Nr. 1330-20-7.

7.2 Acetonitril.

7.3 Methanol.

7.4 *tert*-Butylmethylether.

7.5 Citrat-/Natriumhydroxid-Pufferlösung, $\text{pH} = 6$, $c = 0,06 \text{ mol/l}^{1)}$.

7.6 Wässrige Natriumdithionit-Lösung, $\rho = 200 \text{ mg/ml}^{2)}$ frisch hergestellt (bedeutet die Verwendung innerhalb von 1 h).

7.7 Kieselgur.

7.8 Amin-Vergleichssubstanzen, Amine 1 bis 4, 7 bis 21 (entsprechend Tabelle 1) und Anilin sowie 1,4-Phenylendiamin – alle entsprechend der höchsten erhältlichen festgelegten Reinheitsstufe.

7.9 Standardlösungen.

7.9.1 Stammlösung der Amine, mit einer Konzentration von gleich oder größer als $300 \mu\text{g}$ von jedem Amin je Milliliter eines geeigneten Lösemittels.

ANMERKUNG Acetonitril ist ein geeignetes Lösemittel für diese Stammlösung, da die Amine eine gute Stabilität darin zeigen.

7.9.2 Kalibrierlösung der Amine für den täglichen Gebrauch.

Die Stammlösung (7.9.1) wird auf eine Konzentration von $\rho = 15,0 \mu\text{g}$ von jedem Amin je Milliliter mit einem geeigneten Lösemittel verdünnt.

7.9.3 Kalibrierlösungen der Amine zur quantitativen Bestimmung, Konzentrationsbereich von $2 \mu\text{g}$ bis $50 \mu\text{g}$ von jedem Amin je Milliliter eines geeigneten Lösemittels. Falls Gaschromatographie verwendet wird, müssen $10 \mu\text{l}$ der Internen Standardlösung (7.9.4) je Milliliter vor der Injektion zugefügt werden.

ANMERKUNG Es liegt in der Verantwortung jedes einzelnen Labors, die für die Kalibrierung geeigneten Konzentrationen auszuwählen.

7.9.4 Interne Standards in Lösung (IS), $\rho = 1,0 \text{ mg/ml}$ in dem geeigneten Lösemittel.

Zur GC-MS-Analyse kann einer der folgenden Internen Standards verwendet werden:

- IS1: Naphthalin-d8, CAS-Nr.: 1146-65-2;
- IS2: 2,4,5-Trichloranilin, CAS-Nr.: 636-30-6;
- IS3: Anthracen-d10, CAS-Nr.: 1719-06-8.

7.9.5 Indikatorsubstanz für später eluierende Amine: Benzidin-d8, CAS-Nr.: 92890-63-6.

$\rho = 0,5 \text{ mg/ml}$ Benzidin-d8 in Lösung (7.9.4)

Benzidin-d8 (CAS-Nr.: 92890-63-6) ist eine geeignete Indikatorsubstanz für Störungen im späteren Teil des Gaschromatogrammes (10.5).

7.10 Wässrige Natriumhydroxid-Lösung, mit einem Massenanteil von 10 %.

7.11 Wasser der Qualität 3, entsprechend ISO 3696.

1) c ist die Citratkonzentration.

2) ρ ist die Massenkonzentration.

8 Geräte und Hilfsmittel

8.1 Extraktionsapparatur, entsprechend Bild 1, bestehend aus

- einem Schlangenkühler mit Normschliff NS 29/32,
- einem Haken aus einem inerten Material, als Halterung für die Probe, so dass das kondensierte Lösemittel auf die Probe tropft,
- einem 100-ml-Rundkolben mit Normschliff NS 29/32 und
- einer Wärmequelle.

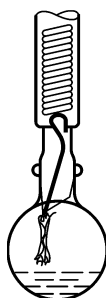


Bild 1 — Prüfeinrichtung

Ähnliche Prüfeinrichtungen dürfen verwendet werden, wenn vergleichbare Ergebnisse erzielt werden.

8.2 Ultraschallbad.

8.3 Reaktionsgefäß (20 ml bis 50 ml), aus temperaturbeständigem Glas, mit dichtem Verschluss.

8.4 Wärmequelle, die eine Temperatur von $(70 \pm 2) ^\circ\text{C}$ erzeugt.

8.5 Säule aus Glas oder Polypropylen, mit 25 mm bis 30 mm Innendurchmesser, 130 mm bis 150 mm Länge, gefüllt mit 20 g Kieselgur (7.7), mit Glasfaserfilter am Auslass.

Die Kieselgursäulen werden entweder vorgefüllt gekauft und in dieser Form verwendet oder 20 g Kieselgur können in eine Säule aus Glas oder Polypropylen in den vorgegebenen Maßen gefüllt werden.

8.6 Vakuum-Rotationsverdampfer, mit Vakuumregelung und Wasserbad.

Andere Apparaturen zum Einengen der Probe dürfen verwendet werden, z. B. ein Wasserbad mit geregelter Stickstofffluss über der Flüssigkeit.

8.7 Pipetten in erforderlichen Größen oder variable Pipetten.

8.8 Chromatographie-Geräte, ausgewählt aus den folgenden:

8.8.1 Dünnschichtchromatograph (en: thin layer chromatograph, TLC) oder Hochleistungsdünnschichtchromatograph (en: high performance thin layer chromatograph, HPTLC) einschließlich relevanter Detektion.

8.8.2 Hochleistungsflüssigkeitschromatograph (en: high performance liquid chromatograph, HPLC) mit Gradientenelution und Diodenarray-Detektor (DAD) oder massenselektivem Detektor (MS).

8.8.3 Gaschromatograph (GC) mit Flammenionisationsdetektor (FID) oder massenselektivem Detektor (MS).

8.8.4 Kapillarelektrophorese (en: capillary electrophoresis, CE) mit Diodenarray-Detektor (DAD).

8.8.4.1 Membranfilter aus PTFE (Polytetrafluorethylen), Porengröße 0,2 µm, geeignet für die Kapillarelektrophorese (8.8.4)

ANMERKUNG Anhang A enthält eine Beschreibung der chromatographischen Bedingungen.

9 Probenahme und Vorbereitung der Messproben

9.1 Allgemeines

Die Messprobe muss auf der Grundlage der folgenden Kriterien ausgewählt werden:

- Teile des Textilartikels (9.2);
- Art der Faserbestandteile (Faserzusammensetzung) (9.3 und 9.4);
- gefärbte Materialien (9.6), besonders, wenn Pigmente verwendet werden (9.5).

Die Messprobe wird vorbereitet, indem der Textilartikel in Streifen oder in Stücke geschnitten wird (siehe unten), um eine Gesamtmasse von 1 g zu erhalten.

Bei Proben, die der Farbstoffextraktion (10.1) unterzogen werden,

- ist der Textilartikel in Streifen zu schneiden, wenn die in 8.1 beschriebene Apparatur verwendet wird, oder
- ist der Textilartikel in kleine Stücke zu schneiden, wenn eine andere Apparatur verwendet wird, oder, wenn die Proben nur der reduktiven Spaltung (10.3) unterzogen werden.

9.2 Textilartikel

Wenn es sich bei dem Textilartikel um ein Halbfertigerzeugnis handelt, wie z. B. Garne, Flächengebilde usw., sind daraus die Proben zu schneiden.

Wenn der Textilartikel, wie z. B. ein Kleidungsstück, aus verschiedenen Teilen textiler Produkte zusammengesetzt ist, sind Messproben aus allen Teilen des Textilartikels zu schneiden, welche die folgenden sein können:

- Hauptflächengebilde,
- Futter,
- Taschenstoff(e),
- Stickereien,
- Etiketten für Textilartikel,
- Kordeln,
- Verschlüsse,
- Kunstpelz oder
- Nähgarn.