

DIN EN ISO 17234-2

ICS 59.140.30

**Leder –
Chemische Prüfungen zur Bestimmung bestimmter Azofarbstoffe in
gefärbten Ledern –
Teil 2: Bestimmung von 4-Aminoazobenzol (ISO 17234-2:2011);
Deutsche Fassung EN ISO 17234-2:2011**

Leather –
Chemical tests for the determination of certain azo colorants in dyed leathers –
Part 2: Determination of 4-aminoazobenzene (ISO 17234-2:2011);
German version EN ISO 17234-2:2011

Cuir –
Essais chimiques pour le dosage de certains colorants azoïques dans les cuirs teints –
Partie 2: Dosage du 4-aminoazobenzène (ISO 17234-2:2011);
Version allemande EN ISO 17234-2:2011

Gesamtumfang 21 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 17234-2:2011) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 289 „Leder“, dessen Sekretariat vom UNI (Italien) gehalten wird, in Zusammenarbeit mit der „International Union of Leather Technologists and Chemists Societies“ erarbeitet.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-05-52 AA „Chemische Prüfverfahren für Leder“ im Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN.

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

ISO 2418 siehe DIN EN ISO 2418
ISO 4044 siehe DIN EN ISO 4044

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 2418, *Leder — Chemische, physikalische und mechanische Prüfungen und Echtheitsprüfungen — Probenahmestelle*

DIN EN ISO 4044, *Leder — Vorbereitung von Proben für chemische Untersuchungen*

Deutsche Fassung

Leder —
Chemische Prüfungen zur Bestimmung bestimmter
Azofarbstoffe in gefärbten Ledern —
Teil 2: Bestimmung von 4-Aminoazobenzol
(ISO 17234-2:2011)

Leather —
Chemical tests for the determination of certain azo
colorants in dyed leathers —
Part 2: Determination of 4-aminoazobenzene
(ISO 17234-2:2011)

Cuir —
Essais chimiques pour le dosage de certains colorants
azoïques dans les cuirs teints —
Partie 2: Dosage du 4-aminoazobenzène
(ISO 17234-2:2011)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 10. März 2011 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, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

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

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Allgemeines	4
4 Kurzbeschreibung	4
5 Sicherheitsvorkehrungen	5
6 Geräte	5
7 Chemikalien	6
8 Probenahme	6
9 Durchführung	7
9.1 Entfettung	7
9.2 Reduktive Spaltung	7
9.3 Trennung und Aufkonzentration von 4-Aminoazobenzol.....	7
9.4 Kalibrierlösung.....	7
9.5 Kontrolle des analytischen Systems	8
9.6 Chromatographische Untersuchungen	8
10 Auswertung	8
10.1 Berechnung mit internen Standards.....	8
10.2 Berechnung ohne interne Standards.....	9
10.3 Zuverlässigkeit des Verfahrens.....	9
11 Prüfbericht.....	9
Anhang A (informativ) Chromatographische Verfahren.....	10
Anhang B (informativ) Zuverlässigkeit des Verfahrens	17
Anhang C (informativ) Bewertungsleitfaden — Interpretation der analytischen Ergebnisse	18
Literaturhinweise	19

Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 17234-2:2011) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 289 „Leder“, dessen Sekretariat vom UNI gehalten wird, in Zusammenarbeit mit der „International Union of Leather Technologists and Chemists Societies“ erarbeitet.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis September 2011, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis September 2011 zurückgezogen werden.

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

Unter dem allgemeinen Titel *Leder — Chemische Prüfungen zur Bestimmung bestimmter Azofarbstoffe in gefärbten Ledern* besteht EN ISO 17234 aus den folgenden Teilen:

- Teil 1: *Bestimmung bestimmter aromatischer Amine aus Azofarbstoffen*
- Teil 2: *Bestimmung von 4-Aminoazobenzol*

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

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 17234 stellt eine Ergänzung zu ISO 17234-1 dar und beschreibt ein spezielles Verfahren, um die Verwendung von bestimmten Azofarbstoffen, die 4-Aminoazobenzol freisetzen können, in Bedarfsgegenständen zu ermitteln. Das Verfahren detektiert auch 4-Aminoazobenzol (Solvent Yellow 1), das bereits als freies Amin ohne eine reduzierende Vorbehandlung in Bedarfsgegenständen vorhanden ist.

Azofarbstoffe, die in der Lage sind 4-Aminoazobenzol abzuspalten, erzeugen unter den Bedingungen nach ISO 17234-1 die Amine Anilin und 1,4-Phenylendiamin. Die Anwesenheit dieser 4-Aminoazobenzol-Farbstoffe kann nicht ohne weitere Informationen (z. B. die chemische Struktur des verwendeten Farbstoffes) oder ohne ein spezielles Verfahren zuverlässig ermittelt werden.

Die Verwendung von bestimmten Azofarbstoffen, die durch reduktive Spaltung der Azogruppe(n) eines oder mehrere der anderen aromatischen Amine freisetzen können, die in Anhang XVII der Verordnung (EG) Nr. 1907/2006 des Europäischen Parlaments und des Rates zur Registrierung, Bewertung, Zulassung und Beschränkung chemischer Stoffe (REACH) gelistet sind, mit Ausnahme von 4-Aminoazobenzol, kann mit diesem Verfahren nicht quantitativ bestimmt werden.

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).

ISO 2418, *Leather — Chemical, physical and mechanical and fastness tests — Sampling location*

ISO 4044, *Leather — Chemical tests — Preparation of chemical test samples*

3 Allgemeines

Bestimmte Azofarbstoffe können durch reduktive Spaltung der Azogruppe(n) 4-Aminoazobenzol freisetzen, das unter Anhang XVII der Verordnung (EG) Nr. 1907/2006 des Europäischen Parlaments und des Rates zur Registrierung, Bewertung, Zulassung und Beschränkung chemischer Stoffe (REACH) verboten ist.

Tabelle 1 — 4-Aminoazobenzol, verboten unter EG-Verordnung REACH 1907/2006/Anhang XVII

Nr.	CAS-Nummer	Index-Nummer	EG-Nummer	Substanz
22	60-09-3	611-008-00-4	200-453-6	4-Aminoazobenzol

4 Kurzbeschreibung

Nach dem Entfetten ist die Lederprobe bei 40 °C in einem geschlossenen System mit Natriumdithionit in einer alkalischen Lösung zu behandeln. Das in dem Prozess freigesetzte 4-Aminoazobenzol wird in eine tert-Butylmethylether-Phase mittels Flüssig-Flüssig-Extraktion überführt. Ein Aliquot der tert-Butylmethylether-Phase wird anschließend zur Analyse verwendet.

Der Nachweis und die Bestimmung von 4-Aminoazobenzol erfolgen durch Hochleistungsflüssigkeitschromatographie mit Diodenarray-Detektor (HPLC/DAD) oder massenselektivem Detektor (HPLC/MS), Kapillargaschromatographie mit massenselektivem Detektor (GC/MS) oder durch Kapillarelektrophorese mit einem Diodenarray-Detektor (CE/DAD) oder qualitativ mit Dünnschichtchromatographie (TLC, HPTLC).

Wenn 4-Aminoazobenzol mit einem chromatografischen Verfahren nachgewiesen wird, muss die Bestätigung mithilfe eines alternativen oder mehrerer alternativer Verfahren erfolgen. Die quantitative Bestimmung des Amins erfolgt durch HPLC/DAD.

5 Sicherheitsvorkehrungen

5.1 Die Verbindung 4-Aminoazobenzol ist als eine Substanz klassifiziert, die als karzinogen für den Menschen gilt.

Die Handhabung und Entsorgung dieser Substanz muss unter strikter Einhaltung der entsprechenden nationalen Gesundheits- und Sicherheitsvorschriften erfolgen.

5.2 Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, bei diesem Prüfverfahren sichere und geeignete Techniken der Handhabung von Materialien anzuwenden. Bezüglich spezifischer Einzelheiten, wie Datenblätter zur Materialsicherheit und zu sonstigen Empfehlungen, sind die Hersteller zu konsultieren.

5.3 Die gute Laborpraxis sollte eingehalten werden. In allen Laborbereichen sind eine Schutzbrille, eine Staubmaske und Einmalhandschuhe zu tragen, während mit pulverförmigen Farbstoffen und 4-Aminoazobenzol umgegangen wird.

5.4 Anwender sollten alle nationalen und örtlichen Sicherheitsvorschriften einhalten.

6 Geräte

Übliche und zusätzlich die folgenden Laboratoriumsgeräte.

6.1 Geeignetes Reaktionsgefäß, aus temperaturbeständigem Glas mit gasdichtem Verschluss.

6.2 Heizquelle, die eine Temperatur von $(40 \pm 2) ^\circ\text{C}$ erzeugt.

6.3 Zentrifuge, 3 000 U/min oder mehr.

6.4 Vakuum-Rotationsverdampfer

6.5 Pipetten, in geforderten oder variablen Größen.

6.6 Ultraschallbad, mindestens 160 W, mit regelbarer Heizung.

6.7 Horizontaler Schüttler, mit einer ausreichenden Frequenz von 5 s^{-1} , Weglänge 2 cm bis 5 cm.

6.8 Polypropylen- oder Polyethylen-Spritze, 2 ml.

6.9 Instrumentelle Ausrüstung

6.9.1 Gaschromatographie (GC), mit massenselektivem Detektor (MS)

6.9.2 Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC), mit Gradientenelution und Diodenarray-Detektor (DAD) oder massenselektivem Detektor (MS).

6.9.3 Dünnschichtchromatographie (TLC), oder Hochleistungsdünnschichtchromatographie (HPTLC) mit entsprechender Detektion.

6.9.4 Kapillarelektrophorese (CE) mit DAD.

ANMERKUNG Eine Beschreibung der instrumentellen Ausrüstung wird in Anhang A gegeben.