

DIN EN ISO 14362-3



ICS 59.080.01

Einsprüche bis 2015-07-15
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 14362-3:2012-09

Entwurf**Textilien –****Verfahren für die Bestimmung bestimmter aromatischer Amine aus Azofarbstoffen –****Teil 3: Nachweis der Verwendung bestimmter Azofarbstoffe, die 4-Aminoazobenzol freisetzen können (ISO/DIS 14362-3:2015); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 14362-3:2015**

Textiles –

Methods for determination of certain aromatic amines derived from azo colorants –

Part 3: Detection of the use of certain azo colorants, which may release

4-aminoazobenzene (ISO/DIS 14362-3:2015);

German and English version prEN ISO 14362-3:2015

Textiles –

Méthodes de détermination de certaines amines aromatiques dérivées de colorants azoïques –

Partie 3: Détection de l'utilisation de certains colorants azoïques susceptibles de libérer du 4-aminoazobenzène (ISO/DIS 14362-3:2015);

Version allemande et anglaise prEN ISO 14362-3:2015

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2015-05-15 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nmp@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 40 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 14362-3:2015) 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 Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-05-12 AA „Textilchemische Prüfverfahren und Fasertrennung“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der prEN ISO 14362-3 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 14362-3:2012-09 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) redaktionelle Änderungen.

CEN/TC 248

Datum: 2015-05

prEN ISO/DIS 14362-3:2015

CEN/TC 248

Sekretariat: BSI

Textilien — Verfahren für die Bestimmung bestimmter aromatischer Amine aus Azofarbstoffen — Nachweis der Verwendung bestimmter Azofarbstoffe, die 4-Aminoazobenzol freisetzen können (ISO/DIS 14362-3:2015)

Textiles — Méthodes de détermination de certaines amines aromatiques dérivées de colorants azoïques — Détection de l'utilisation de certains colorants azoïques susceptibles de libérer du 4-aminoazobenzène (ISO/DIS 14362-3:2015)

Textiles — Methods for determination of certain aromatic amines derived from azo colorants — Detection of the use of certain azo colorants, which may release 4-aminoazobenzene (ISO/DIS 14362-3:2015)

ICS:

Deskriptoren

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Allgemeines	4
4 Kurzbeschreibung	5
5 Sicherheitsmaßnahmen	5
6 Chemikalien	5
7 Geräte und Hilfsmittel	6
8 Durchführung	7
8.1 Allgemeines	7
8.2 Vorbereitung der Probe	7
8.3 Farbstoffextraktion für Dispersionsfarbstoffe — Vorbereitung mit Extraktion	7
8.4 Mit anderen Farbstoffen als Dispersionsfarbstoffe gefärbte Textilien — Vorbereitung ohne Extraktion	8
8.5 Reduktive Spaltung	8
8.6 Abtrennung und Anreicherung von 4-Aminoazobenzol	8
8.7 Kalibrierlösung	8
8.7.1 Kalibrierlösung für Probenaufarbeitung ohne Extraktion	8
8.7.2 Kalibrierlösung für Probenaufarbeitung mit Extraktion	9
8.8 Prüfung des Gesamtverfahrens	9
8.8.1 Probenvorbereitung ohne Extraktion	9
8.8.2 Probenvorbereitung mit Extraktion	9
8.9 Chromatografische Untersuchungen	9
9 Auswertung	9
9.1 Berechnung	9
9.2 Zuverlässigkeit des Verfahrens	9
10 Prüfbericht	9
Anhang A (informativ) Chromatografische Verfahren	11
A.1 Hochleistungsflüssigkeitschromatografie (HPLC)	11
A.2 Dünnschichtchromatografie (DC)	11
A.3 Hochleistungsflüssigkeitschromatografie (HPLC)	12
A.3.1 Hochleistungsflüssigkeitschromatografie/Diodenarray-Detektor (HPLC/DAD)	12
A.3.2 Hochleistungsflüssigkeitschromatografie/massenselektiver Detektor (HPLC/MS)	13
A.4 Kapillargaschromatografie/ massenselektiver Detektor (GC/MS)	13
A.5 Kapillarelektrophorese (CE)	13
Anhang B (normativ) Berechnung	16
B.1 Allgemeines	16
B.2 Kalibrierung mithilfe eines internen Standard	16
B.3 Kalibrierung ohne internen Standard	16
Anhang C (informativ) Zuverlässigkeit des Verfahrens	17
Anhang D (informativ) Bewertungsleitfaden — Interpretation der analytischen Ergebnisse	19

Vorwort

Der Text von ISO 24362-3:2014 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 38 „Textiles“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 14362-3:2015 durch das Technische Komitee CEN/TC 248 „Textilien und textile Erzeugnisse“ übernommen, dessen Sekretariat vom BSI gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 14362-3:2012 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 24362-3:2014 wurde vom CEN als prEN ISO 14362-3:2015 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

1 Anwendungsbereich

Azofarbstoffe, die 4-Aminoazobenzol bilden können, erzeugen unter den Bedingungen von ISO 14362-1 die Amine Anilin und 1,4-Phenylendiamin. Die Anwesenheit dieser 4-Aminoazobenzol-Farbstoffe kann ohne zusätzliche Angaben (z. B. die chemische Struktur des verwendeten Farbstoffs) oder ohne ein spezielles Verfahren nicht zuverlässig bestimmt werden.

Dieser Teil der ISO 14362 ergänzt den Teil 1 und beschreibt ein spezielles Verfahren zum Verwendungsnachweis bestimmter Azofarbstoffe in Bedarfsgegenständen, die 4-Aminoazobenzol freisetzen können, und welche sind:

- die ohne vorherige Extraktion reduziert werden können, insbesondere bei Textilien aus Zellulosefasern und Eiweißfasern (z. B. Baumwolle, Viskose, Wolle, Seide);
- die durch Extraktion der Fasern verfügbar sind (z. B. Polyester oder Kunstleder).

Bei bestimmten Fasermischungen kann es erforderlich sein, beide Teile dieser Norm (ohne oder mit Extraktion) anzuwenden.

Die Methode erfasst auch 4-Aminoazobenzol (Solvent Yellow 1), welches bereits ohne reduktive Vorbehandlung im Erzeugnis als freies Amin vorliegen kann.

Mit Ausnahme von 4-Aminoazobenzol kann die Verwendung bestimmter Azofarbstoffe, die durch reduktive Spaltung ihrer Azogruppe(n) ein oder mehrere weitere aromatische Amine freisetzen und in *Anhang XVII der Verordnung (EG) Nr. 1907/2006 des Europäischen Parlaments und des Rates vom 18. Dezember 2006 zur Registrierung, Bewertung, Zulassung und Beschränkung chemischer Stoffe (REACH)* aufgeführt sind, mit dem vorliegenden Verfahren quantitativ nicht bestimmt werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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 14362-1:2014, *Textilien — Verfahren für den Nachweis und die Bestimmung bestimmter aromatischer Amine aus Azofarbstoffen — Teil 1: Nachweis der Verwendung gewisser Azofarbstoffe, bestimmbar durch reduzierende Substanzen, mit oder ohne Extraktion*

ISO 3696, *Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren*

3 Allgemeines

Bestimmte Azofarbstoffe können durch reduktive Spaltung von Azogruppen 4-Aminoazobenzol freisetzen, das im *Anhang XVII der Verordnung (EG) Nr. 1907/2006 des Europäischen Parlaments und des Rates vom 18. Dezember 2006 zur Registrierung, Bewertung, Zulassung und Beschränkung chemischer Stoffe (REACH)* als verboten aufgeführt ist.

Tabelle 1 — In Anhang XVII der Verordnung (EG) 1907/2006 verbotenes 4-Aminoazobenzol

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

4 Kurzbeschreibung

Nach Auswahl einer gefärbten Probe aus dem textilen Erzeugnis wird eine Farbstoffextraktion für Dispersionsfarbstoffe und/oder dem Verfahren der direkten Reduzierung für die anderen Farbstoffklassen (Pigmente und/oder Farbstoffe) geprüft (siehe ISO 14362-1).

Die Textilprobe oder der Rückstand der Probenextraktion wird mit Natriumdithionit in einer alkalischen Lösung bei 40 °C in einem geschlossenen Gefäß behandelt. Das in dem Prozess freigesetzte 4-Aminoazobenzol wird mittels Flüssig-Flüssig-Extraktion in eine *tert*-Butylmethylether-Phase überführt. Ein Aliquot der *tert*-Butylmethylether-Phase wird für die Analyse verwendet. Der Nachweis und die Bestimmung von 4-Aminoazobenzol können mittels chromatografischer Verfahren durchgeführt werden (siehe Anhang A).

Wenn 4-Aminoazobenzol mit einem chromatographischen Verfahren nachgewiesen wurde, dann muss der Nachweis durch ein oder mehrere alternative(s) Verfahren bestätigt werden.

5 Sicherheitsmaßnahmen

5.1 WARNUNG — 4-Aminoazobenzol wird als Substanz eingestuft, die beim Menschen bekanntermaßen Krebs erzeugt oder die als krebserzeugend für den Menschen anzusehen ist.

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

5.2 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.

5.3 Es sollte der guten Laborpraxis gefolgt werden. Während des Umgangs mit pulverförmigen Färbemitteln sind in allen Laborbereichen eine Schutzbrille und eine Einmal-Staubschutzmaske zu tragen.

5.4 Anwender sollten die nationalen und örtlichen Sicherheitsvorschriften erfüllen.

6 Chemikalien

Wenn nicht anderes angegeben, sind analysenreine Chemikalien zu verwenden.

6.1 Natriumdithionitlösung, $\rho = 200 \text{ mg/ml}^{1)}$ ist frisch angesetzt, nach 1 h Standzeit in geschlossenem Gefäß unmittelbar zu verwenden.

6.2 Natriumhydroxidlösung, $\omega = 2 \text{ \%}^{2)}$.

6.3 *n*-Pentan

6.4 Methanol

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

6.6 *tert*-Butylmethylether

6.7 Natriumchlorid

1) ρ = mass concentration

2) ω = Massenanteil (Gewichtsprozent)

6.8 4-Aminoazobenzol, höchste verfügbare Reinheitsstufe.

6.9 Interne Standards für die Gaschromatografie (IS), z. B.:

Zur GC/MS Analyse wird einer der folgenden internen Standards verwendet:

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.

6.10 Standardlösungen

6.10.1 Interne Standard-Lösung

IS in *tert*-Butylmethylether, $\rho = 10,0 \mu\text{g/ml}$.

6.10.2 4-Aminoazobenzol-Kalibrierlösung zur Verfahrenskontrolle und Herstellung der Kalibrierlösungen.
4-Aminoazobenzol in Methanol, $\rho = 500 \mu\text{g/ml}$.

6.11 Wasser der Qualität 3, entsprechend EN ISO 3696.

7 Geräte und Hilfsmittel

7.1 Extraktionsapparatur, entsprechend Bild 1, bestehend aus:

- einem Schlangenkühler mit Normschliff NS 29/32;
- einem Haken aus 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;
- einer Wärmequelle.

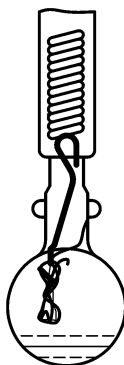


Bild 1 — Extraktionsapparatur

ANMERKUNG Ähnliche Apparaturen können verwendet werden, wenn vergleichbare Ergebnisse erzielt werden.

7.2 Ultraschallbad, mindestens RMS 160 Watt, mit kontrollierbarer Heizung

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

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

7.5 Vakuum Rotationsverdampfer, mit Vakuumregelung und Wasserbad

7.6 Zentrifuge, Drehzahl größer $3\,000\text{ min}^{-1}$.

7.7 Pipetten in erforderlichen Größen oder variable Pipetten.

7.8 Horizontal-Schüttelgerät mit ausreichend hoher Frequenz von 5 s^{-1} , Weglänge 2 cm bis 5 cm.

7.9 Instrumentelle Ausrüstung, ausgewählt aus dem Folgendem:

7.9.1 Ausrüstung zur Dünnschichtchromatografie (TLC) oder zur Hochleistungs dünnschichtchromatografie (HPTLC), einschließlich entsprechender Detektion

7.9.2 Hochleistungsflüssigkeitschromatografie (HPLC) mit Gradientenelution und Diodenarray-Detektor (DAD) oder massenselektivem Detektor (MS).

7.9.3 Gaschromatografie (GC) mit Flammionisationsdetektor (FID) oder massenselektivem Detektor (MS).

7.9.4 Kapillarelektrophorese (CE) mit Diodenarray-Detektor (DAD) einschließlich:

7.9.4.1 Membranfilter aus PTFE (Polytetrafluorethylen), Porengröße $0,2\text{ }\mu\text{m}$, geeignet für die Kapillarelektrophorese (7.9.4)

ANMERKUNG Anhang A enthält eine Beschreibung der instrumentellen Ausrüstung.

8 Durchführung

8.1 Allgemeines

Die vorliegende Norm ist auf eine Probe anzuwenden, die ein positives Ergebnis (pre-fail) auf Anilin und 1,4-Phenylendiamin oder nur Anilin unter Anwendung von ISO 14362-1, Verfahren 9.1 oder 9.2, ergeben hat. Das Verfahren 8.3 wird gewählt, wenn ein „pre-fail“ mit ISO 14362-1, 9.1, vorliegt und Verfahren 8.4, wenn ein „pre-fail“ mit ISO 14362-1, 9.2, vorliegt.

8.2 Vorbereitung der Probe

Bei mehrfarbig gemusterten Flächengebilden sind die unterschiedlichen Farben möglichst gesondert zu berücksichtigen. Bei Erzeugnissen, die aus verschiedenen Textilqualitäten bestehen, sind Proben der verschiedenen Qualitäten (in Bezug auf Faser und/oder Farbe) getrennt zu analysieren.

Die Probe ist durch Schneiden vorzubereiten, um ein Gesamtgewicht von 1 g zu erhalten. Proben, die zur Farbstoffextraktion verwendet werden (8.3), werden in Streifen geschnitten (wenn das Gerät beschrieben in 7.2 verwendet wird) oder in kleine Stücke geschnitten, wenn ein anderes Gerät verwendet wird oder die Proben zur reduktiven Spaltung verwendet werden (8.4).

8.3 Farbstoffextraktion für Dispersionsfarbstoffe — Vorbereitung mit Extraktion

Falls es ein „pre-Fail“ Ergebnis mit ISO 14362-1, 9.1 gab, wird eine andere Probe mit der gleichen Zusammensetzung in einer Extraktionsapparatur (7.1) für 30 bis 40 min über 25 ml siedendem Xylol gehalten bis die Lösungsmitteltropfen farblos sind. Der Xylolextrakt wird **auf Raumtemperatur** abgekühlt bevor er aus der Extraktionsapparatur entnommen wird. Die Textilprobe wird aus der Apparatur entnommen und verworfen.

Der Xylol-extrakt wird im Verdampfer bei einer Temperatur von $45\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis auf eine kleine Restmenge eingeeengt. Dieser Rückstand wird mit insgesamt 7 ml Methanol (6.4) mittels Ultraschallbad quantitativ in das Reaktionsgefäß überführt.

Anschließend wird die reduktive Spaltung (8.5) durchgeführt

ANMERKUNG 1 Es wird empfohlen, die Überführung in mehreren Schritten durchzuführen, z. B. 4 ml Methanol vorlegen und den Rückstand mittels Ultraschallbad von der Glaswand ablösen; die Suspension quantitativ mit einer Pipette in das Reaktionsgefäß überführen, 3 Mal mit je 1 ml Methanol nachspülen und die Spüllösung ebenfalls quantitativ überführen.

ANMERKUNG 2 Zur Direktbestimmung eines 4-Aminoazobenzol abspaltenden Dispersions-Farbstoffs (z. B. Dispers Yellow 23) darf ein Aliquot dieser methanolischen Lösung direkt zur LC-DAD-MS Analyse verwendet werden.

8.4 Mit anderen Farbstoffen als Dispersionsfarbstoffe gefärbte Textilien — Vorbereitung ohne Extraktion

Falls es ein „pre-fail“ Ergebnis mit ISO 14362-1, 9.2 gab, ist die zerkleinerte Textilprobe direkt in das Reaktionsgefäß zu geben.

8.5 Reduktive Spaltung

9 ml Natriumhydroxidlösung (6.2) werden in das Reaktionsgefäß mit der Probe (8.4) oder zur methanolischen Lösung (8.3) gegeben. Das Reaktionsgefäß wird dicht verschlossen und kräftig durchgeschüttelt.

Zur reduktiven Spaltung wird nachfolgend 1,0 ml Natriumdithionitlösung (6.1) zugesetzt. Die Mischung wird kräftig geschüttelt und unverzüglich für genau 30 min ohne Schütteln bei $(40 \pm 2)^\circ\text{C}$ temperiert; anschließend wird innerhalb von 1 min auf Raumtemperatur von 20°C bis 25°C abgekühlt.

8.6 Abtrennung und Anreicherung von 4-Aminoazobenzol

5 ml *tert*-Butylmethylether (6.6) oder 5 ml interne Standardlösung (6.10.1) werden zur Reaktionslösung zugegeben. Danach werden 7 g Natriumchlorid (6.7) zugesetzt und das Gemisch horizontal und gleichbleibend (dies bedeutet: das Reaktionsgefäß in horizontaler Ausrichtung und die Bewegung des Schüttlers ebenfalls in horizontalen Bewegung) für 45 min geschüttelt (7.8); Schüttelfrequenz $f = 5\text{ s}^{-1}$.

ANMERKUNG 1 Zwischen Abkühlphase und Schütteln sollen höchstens 5 min liegen. Zur vollständigen Phasentrennung wird empfohlen, das Gemisch nach dem Schütteln zu zentrifugieren (7.6).

Aus der *tert*-Butyl-Methylether-Phase wird ein Aliquot für die nachfolgende Analyse entnommen, in ein geeignetes Analysengefäß überführt und sofort verschlossen. Zum Nachweis und zur quantitativen Bestimmung von 4-Aminoazobenzol wird die Probenmesslösung einem unter 7.9 genannten chromatografischen Verfahren zugeführt.

ANMERKUNG 2 Zur nachfolgenden Analyse kann es erforderlich sein, das Lösemittel zu wechseln oder den Extrakt aus 8.3 einzuengen und diesen in ein anderes geeignetes Lösemittel (z. B. Methanol) zu überführen. Das Entfernen des Lösemittels (Einengen in einem Vakuum-Rotationsverdampfer, Abblasen bis zur Trockne) kann zu einem wesentlichen Verlust an 4-Aminoazobenzol führen, wenn nicht unter kontrollierten Bedingungen gearbeitet wird.

Falls erforderlich, den *tert*-Butylmethylether-Extrakt bis auf etwa 1 ml (nicht bis zur Trockne) am Rotationsverdampfer unter leichtem Vakuum bei höchstens 50°C einzuengen. Der Rückstand des Lösemittels ist sehr vorsichtig ohne Vakuum mit Hilfe eines schwachen Inertgasstroms zu entfernen.

Sofern möglich, ist ein Wechseln des Lösungsmittels zu vermeiden, da Matrixeffekte bei diesem Vorgang ebenfalls zu erheblichen Minderbefunden führen können.

ANMERKUNG 3 Aufgrund der Matrix kann 4-Aminoazobenzol eine nur geringe Stabilität aufweisen. Verzögerungen im Arbeitsablauf können zu erheblichen Minderbefunden führen.

Falls die vollständige Analyse nicht innerhalb von 24 h durchgeführt werden kann, muss die Probenlösung bei Temperaturen unter -18°C aufbewahrt werden.

8.7 Kalibrierlösung

8.7.1 Kalibrierlösung für Probenaufarbeitung ohne Extraktion

100 µl der 4-Aminoazobenzol-Kalibrierlösung (6.10.2) werden mit 5 ml *tert*-Butylmethylether (6.6) bzw. 5 ml interner Standardlösung (6.10.1) versetzt. Dieses Gemisch wird für die Kalibrierung verwendet, da die

Wiederfindung von 4-Aminoazobenzol über die Phasenverteilung nach diesem Verfahren 95 % bis 100 % beträgt.

8.7.2 Kalibrierlösung für Probenaufarbeitung mit Extraktion

100 µl der 4-Aminoazobenzol-Kalibrierlösung (6.10.2) werden mit 6,9 ml Methanol (6.4), 9 ml Natriumhydroxidlösung (6.2), 1 ml Wasser, 7 g Natriumchlorid (6.7) und 5 ml *tert*-Butylmethylether (6.6) bzw. 5 ml interner Standardlösung (6.10.1) versetzt.

Das Gemisch wird horizontal (dies bedeutet: das Reaktionsgefäß in horizontaler Ausrichtung und die Bewegung des Schüttlers ebenfalls in horizontalen Bewegung) konstant für 45 min geschüttelt; Schüttelfrequenz $f = 5 \text{ s}^{-1}$. Aus der *tert*-Butyl-Methylether-Phase wird ein Aliquot für die nachfolgende Analyse entnommen. Das Analysengefäß ist sofort zu verschließen.

8.8 Prüfung des Gesamtverfahrens

8.8.1 Probenvorbereitung ohne Extraktion

Zur Überprüfung des Verfahrens werden 100 µl der 4-Aminoazobenzol-Kalibrierlösung (6.10.2) nach 8.5 behandelt.

Die Wiederfindung von 4-Aminoazobenzol soll mindestens 60 % betragen.

8.8.2 Probenvorbereitung mit Extraktion

Zur Überprüfung des Verfahrens werden 6,9 ml Methanol vorgelegt und 100 µl der 4-Aminoazobenzol-Kalibrierlösung (6.10.2) zugegeben. Das Gemisch wird nach 8.5 behandelt.

Die Wiederfindung von 4-Aminoazobenzol soll mindestens 60 % betragen.

8.9 Chromatografische Untersuchungen

Die Detektion von 4-Aminoazobenzol kann mit Hilfe der in 7.9 aufgeführten chromatografischen Techniken durchgeführt werden. Andere validierte Verfahren dürfen angewendet werden. Wenn dieses Amin durch ein chromatografisches Verfahren festgestellt wurde, so muss dies durch die Verwendung eines oder mehrere weiterer Verfahren bestätigt werden. Das Ergebnis ist nur dann positiv, wenn beide Verfahren ein positives Ergebnis liefern.

9 Auswertung

9.1 Berechnung

Der Gehalt an 4-Aminoazobenzol wird üblicherweise über Softwareprogramme berechnet. Die Berechnung kann, wie in Anhang B beschrieben, manuell durchgeführt werden.

9.2 Zuverlässigkeit des Verfahrens

Zur Präzision des Verfahrens siehe Anhang C.

10 Prüfbericht

Im Prüfbericht müssen mindestens folgende Einzelheiten angegeben werden:

- Verweisung auf diese Internationale Norm;
- Art, Herkunft und Bezeichnung der Probe (Teilprobe, sofern zutreffend);
- Annahmedatum und Datum der Untersuchung;
- durchgeführte Probenahme und Vorbereitungsverfahren entsprechend 8.3 und/oder 8.4
- Detektionsverfahren und Quantifizierungsmethode;

f) Ergebnisse, angegeben als Gehalt an und Nachweisgrenze von 4-Aminoazobenzol, in mg/kg.

ANMERKUNG Mit Vorsicht sollte die Interpretation von Gehalten von weniger als 30 mg/kg 4-Aminoazobenzol erfolgen (siehe Anhang D).