

**DIN 54231**

ICS 59.080.01

Einsprüche bis 2022-02-22  
Vorgesehen als Ersatz für  
DIN 54231:2005-11**Entwurf****Textilien –  
Bestimmung von Farbstoffen nach Methanolextraktion**Textiles –  
Determination of dyes after methanol extractionTextiles –  
Détermination des colorants après extraction du méthanol**Anwendungswarnvermerk**

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2021-10-22 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

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

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter [www.din.de/go/entwuerfe](http://www.din.de/go/entwuerfe) bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter [www.entwuerfe.normenbibliothek.de](http://www.entwuerfe.normenbibliothek.de), sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an [nmp@din.de](mailto:nmp@din.de) möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter [www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe](http://www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe) oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter [www.dke.de/stellungnahme](http://www.dke.de/stellungnahme) abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin oder Am DIN-Platz, 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 41 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

## Inhalt

	Seite
Vorwort . . . . .	4
1 Anwendungsbereich . . . . .	5
2 Normative Verweisungen . . . . .	5
3 Begriffe . . . . .	5
4 Symbole und Abkürzungen . . . . .	6
5 Kurzbeschreibung . . . . .	6
6 Reagenzien . . . . .	7
7 Prüfeinrichtung . . . . .	7
8 Probenahme und Vorbereitung der Messproben . . . . .	8
9 Durchführung . . . . .	8
9.1 Extraktion . . . . .	8
9.2 Bestimmung mit LC . . . . .	8
9.2.1 Allgemeines . . . . .	8
9.2.2 Kalibrierung . . . . .	9
10 Angabe der Ergebnisse . . . . .	9
10.1 Berechnung des Farbstoffgehaltes . . . . .	9
10.2 Präzision des Verfahrens . . . . .	9
11 Prüfbericht . . . . .	9
Anhang A (normativ) Charakterisierung der Farbstoffe . . . . .	10
Anhang B (informativ) Beispiele chromatographischer Verfahren . . . . .	14
B.1 Flüssigchromatographie-Verfahren (LC-DAD) für Dispersionsfarbstoffe und karzinogene Farbstoffe . . . . .	14
B.1.1 LC-System mit einem Druck über 400 bar (UHPLC) . . . . .	14
B.1.2 LC-System mit einem maximalen Druck von 400 bar (HPLC) . . . . .	14
B.2 LC-DAD-MS-Verfahren für Dispersionsfarbstoffe . . . . .	17
B.2.1 Chromatographische Bedingungen für die LC-DAD-MS (HPLC bis max. 400 bar) . . . . .	17
B.2.2 Geräteparameter für das LC-DAD-MS-Verfahren . . . . .	17
B.2.3 Messparameter für das LC-DAD-MS-Verfahren . . . . .	17
B.3 Flüssigchromatographie-Verfahren (LC-MS/MS) für Dispersionsfarbstoffe, karzinogene und andere Farbstoffe (HPLC bis max. 400 bar) . . . . .	18
B.3.1 LC-Parameter . . . . .	18
B.3.2 MS/MS-Parameter . . . . .	19
Anhang C (informativ) Erläuterungen zu einzelnen Farbstoffen und Farbstoffgemischen . . . . .	24
C.1 Allgemeines . . . . .	24
C.2 Disperse Blue 3 . . . . .	24
C.3 Disperse Blue 35 und Disperse Blue 26 . . . . .	26
C.4 Disperse Yellow 39 . . . . .	30
C.5 Disperse Yellow 49 . . . . .	30
C.6 Verunreinigungen von Farbstoffen . . . . .	32
C.7 Zersetzung von Disperse Blue 124 . . . . .	35
C.8 Bedeutung von Michlers Base und Michlers Keton für Textilien . . . . .	35
Anhang D (informativ) Ergebnisse von Ringversuchen . . . . .	36
D.1 Präzision des LC-DAD-MS-Verfahrens . . . . .	36
D.2 Nachweisgrenze der LC-DAD-MS-Technik . . . . .	36
D.3 Messunsicherheiten aus diversen Ringversuchen . . . . .	36
Anhang E (informativ) Berechnung . . . . .	39
Literaturhinweise . . . . .	40

## Bilder

Bild C.1 — Strukturformel von Disperse Blue 3 . . . . .	25
Bild C.2 — Beispiel eines Chromatogramms von Disperse Blue 3 . . . . .	26
Bild C.3 — Strukturformeln von Disperse Blue 35 der drei unterschiedlichen CAS-Nummern . . . . .	27
Bild C.4 — 1,5-Diamino-4,8-dihydroxy-6-phenoxyanthrachinon mit CAS-Nr. 13716-91-1 . . . . .	27
Bild C.5 — Strukturformeln von Disperse Blue 26 der drei unterschiedlichen CAS-Nummern, die in technischen Gemischen vorkommen . . . . .	28
Bild C.6 — Chromatogramm von Disperse Blue 35/26 eines für die DIN-Arbeitsgruppe synthetisierten Farbstoffes, bei dem die Methyl- und Dimethylisomeren angereichert sind . . . . .	29
Bild C.7 — Strukturformeln von Disperse Yellow 39 der zwei unterschiedlichen CAS-Nummern . . . . .	30
Bild C.8 — Strukturformel von Disperse Yellow 49 mit CAS-Nr. 54824-37-2 . . . . .	31
Bild C.9 — Strukturformel von Disperse Yellow 49 mit CAS-Nr. 6858-49-7 . . . . .	31
Bild C.10 — Chromatogramme mit Verunreinigungen . . . . .	33
Bild C.11 — Chromatogramm mit Verunreinigungen . . . . .	35

## Tabellen

Tabelle A.1 — Auflistung ausgewählter Farbstoffe . . . . .	10
Tabelle B.1 — Referenzsubstanzen (karzinogene Farbstoffe und andere Farbstoffe) und LC-DAD-Retentionszeiten . . . . .	15
Tabelle B.2 — Referenzsubstanzen und LC-MS-Retentionszeiten . . . . .	18
Tabelle B.3 — Referenzsubstanzen (karzinogene und andere Farbstoffe) und LC-MS/MS-Retentionszeiten . . . . .	19
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 . . . . .	28
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 . . . . .	28
Tabelle C.3 — Disperse Yellow 39 zwei Molekülvorschläge mit entsprechender CAS-Nr. . . . .	30
Tabelle D.1 — Messunsicherheiten von Azo-Farbstoffen . . . . .	37
Tabelle D.2 — Messunsicherheiten von Methinfarbstoffen . . . . .	38
Tabelle D.3 — Messunsicherheiten von Anthrachinonfarbstoffen . . . . .	38