



SLOVENSKI STANDARD
kSIST FprEN ISO 17234-1:2015
01-februar-2015

Usnje - Kemični preskusi za določevanje nekaterih azo barvil na barvanem usnju - Določevanje nekaterih aromatskih aminov, izvirajočih iz azo barvil (ISO/FDIS 17234-1:2014)

Leather - Chemical tests for the determination of certain azo colorants in dyed leathers - Part 1: Determination of certain aromatic amines derived from azo colorants (ISO/FDIS 17234-1:2014)

Leder - Chemische Prüfungen zur Bestimmung bestimmter Azofarbstoffe in gefärbten Ledern - Teil 1: Bestimmung bestimmter aromatischer Amine aus Azofarbstoffen (ISO/FDIS 17234-1:2014)

Cuir - Essais chimiques pour le dosage de certains colorants azoïques dans les cuirs teints - Partie 1: Dosage de certaines amines aromatiques dérivées des colorants azoïques (ISO/FDIS 17234-1:2014)

Ta slovenski standard je istoveten z: FprEN ISO 17234-1:2014

ICS:

59.140.30 Usnje in krzno Leather and furs

kSIST FprEN ISO 17234-1:2015 de

EUROPÄISCHE NORM
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE

SCHLUSS-ENTWURF
FprEN ISO 17234-1

November 2014

ICS 59.140.30

Vorgesehen als Ersatz für EN ISO 17234-1:2010

Deutsche Fassung

**Leder - Chemische Prüfungen zur Bestimmung bestimmter
Azofarbstoffe in gefärbten Ledern - Teil 1: Bestimmung
bestimmter aromatischer Amine aus Azofarbstoffen (ISO/FDIS
17234-1:2014)**

Leather - Chemical tests for the determination of certain azo colorants in dyed leathers - Part 1: Determination of certain aromatic amines derived from azo colorants (ISO/FDIS 17234-1:2014)

Cuir - Essais chimiques pour le dosage de certains colorants azoïques dans les cuirs teints - Partie 1: Dosage de certaines amines aromatiques dérivées des colorants azoïques (ISO/DIS 17234-1:2014)

Dieser Europäische Norm-Entwurf wird den CEN-Mitgliedern zur parallelen formellen Abstimmung vorgelegt. Er wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 289 erstellt.

Wenn aus diesem Norm-Entwurf eine Europäische Norm wird, sind die CEN-Mitglieder gehalten, die CEN-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.

Dieser Europäische Norm-Entwurf wurde vom CEN in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch) erstellt. Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum des CEN-CENELEC 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, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.

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

Warnvermerk : Dieses Schriftstück hat noch nicht den Status einer Europäischen Norm. Es wird zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt. Es kann sich noch ohne Ankündigung ändern und darf nicht als Europäischen Norm in Bezug genommen werden.



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

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

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Allgemeines	4
4 Kurzbeschreibung	5
5 Sicherheitsvorkehrungen	6
6 Geräte	6
7 Reagenzien	7
8 Probenahme und Probenvorbereitung	7
9 Durchführung	8
9.1 Entfettung	8
9.2 Reduktive Spaltung	8
9.3 Flüssig-Flüssig-Extraktion	8
9.4 Kontrolle des analytischen Systems	8
10 Chromatographische Untersuchungen	9
11 Kalibrierung	9
12 Auswertung	9
12.1 Berechnung des Amingehalts in der Probe	9
12.2 Zuverlässigkeit des Verfahrens	9
13 Prüfbericht	10
Anhang A (informativ) Chromatographische Untersuchungen	11
A.1 Vorbemerkungen	11
A.2 Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC) (quantitatives Verfahren)	11
A.2.1 Hochleistungsflüssigkeitschromatographie/Diodenarray-Detektor (HPLC-DAD)	11
A.2.2 Hochleistungsflüssigkeitschromatographie/massenselektiver Detektor (HPLC-DAD-MS)	11
A.3 Kapillargaschromatographie (GC-MS) (quantitatives Verfahren)	12
A.4 Kapillarelektrophorese (CE-DAD) (quantitatives Verfahren)	12
A.5 Dünnschichtchromatographie (TLC) (qualitatives Verfahren); HPTLC oder nur TLC zur semiquantitativen Bestätigung	13
A.6 Beispiel eines HPLC-Chromatogramms	13
Anhang B (informativ) Zuverlässigkeit des Verfahrens	15
Anhang C (informativ) Bewertungsleitfaden - Interpretation der Untersuchungsergebnisse	16
Literaturhinweise	18

Vorwort

Dieses Dokument (FprEN ISO 17234-1:2014) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 289 „Leder“, dessen Sekretariat vom UNI gehalten wird, in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee „International Union of Leather Technologists and Chemists Societies (IULTCS)“ erarbeitet.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen formellen Abstimmung vorgelegt.

Dieses Dokument wird ISO 17234-1:2010 ersetzen, die technisch überarbeitet wurde, um aus der chinesischen Norm GB 20400 zwei neue aromatische Amine in Tabelle 1 einzufügen. Die Gestaltung des Dokuments wurde neu angeordnet und aktualisiert, um der Gestaltung der ISO 17234-2 zu entsprechen.

Unter dem allgemeinen Titel *Leather — Chemical tests for the determination of certain azo colorants in dyed leathers* besteht ISO 17234 aus den folgenden Teilen:

- *Part 1: Determination of certain aromatic amines derived from azo colorants*
- *Part 2: Determination of 4-aminoazobenzene*

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/FDIS 17234-1:2014 wurde vom CEN als FprEN ISO 17234-1:2014 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

FprEN ISO 17234-1:2014 (D)

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil der ISO 17234 legt ein Verfahren zur Bestimmung der Verwendung bestimmter Azofarbstoffe fest, die bestimmte aromatische Amine freisetzen können.

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

ISO 3696:1987, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

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

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

3 Allgemeines

Bestimmte Azofarbstoffe können durch reduktive Spaltung von Azogruppen ein oder mehrere der folgenden aromatischen Amine freisetzen, die in Anlage 8 der EU-Verordnung 1907/2006, Anhang XVII des Europäischen Parlaments und/oder der chinesischen Norm GB 20400-2006 aufgeführt sind.

Tabelle 1 — In Anlage 8 der EU-Verordnung 1907/2006, Anhang XVII und/oder GB 20400-2006 aufgeführte aromatische Amine

Nr.	CAS-Nummer	Index-Nummer	EG-Nummer	Stoffe
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		202-441-6	4-Chlor- <i>o</i> -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	<i>o</i> -Aminoazotoluol 4-Amino-2',3-dimethylazobenzol 4- <i>o</i> -Tolylazo- <i>o</i> -toluidin
6 ^a	99-55-8		202-765-8	5-Nitro- <i>o</i> -toluidin
7	106-47-8	612-137-00-9	203-401-0	4-Chloranilin
8	615-05-4		210-406-1	4-Methoxy- <i>m</i> -phenylendiamin
9	101-77-9	612-051-00-1	202-974-4	4,4'-Methyldianilin 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 <i>o</i> -Dianisidin

Nr.	CAS-Nummer	Index-Nummer	EG-Nummer	Stoffe
12	119-93-7	612-041-00-7	204-358-0	3,3'-Dimethylbenzidin 4,4'-bi- <i>o</i> -Toluidin
13	838-88-0	612-085-00-7	212-658-8	4,4'-Methylendi- <i>o</i> -toluidin
14	120-71-8		204-419-1	6-Methoxy- <i>m</i> -toluidin <i>p</i> -Cresidin
15	101-14-4	612-078-00-9	202-918-9	4,4'-Methylen-bis-(2-chloranilin) 2,2'-Dichlor-4,4'-methyldianilin
16	101-80-4		202-977-0	4,4'-Oxydianilin
17	139-65-1		205-370-9	4,4'-Thiodianilin
18	95-53-4	612-091-00-X	202-429-0	<i>o</i> -Toluidin 2-Aminotoluol
19	95-80-7	612-099-00-3	202-453-1	4-Methyl- <i>m</i> -phenylendiamin
20	137-17-7		205-282-0	2,4,5-Trimethylanilin
21	90-04-0	612-035-00-4	201-963-1	<i>o</i> -Anisidin 2-Methoxyanilin
22 ^b	60-09-3	611-008-00-4	200-453-6	4-Aminoazobenzol
23 ^c	95-68-1	612-027-00-0	202-440-0	2,4-Xylidin 2,4-Dimethylbenzol-1-amin
24 ^c	87-62-7	612-161-00-X	201-758-7	2,6-Xylidin 2,6-Dimethylbenzol-1-amin
<p>^a Die CAS-Nummern 97-56-3 (Nr. 5) und 99-55-8 (Nr. 6) werden weiter reduziert auf die CAS-Nummern 95-53-4 (Nr. 18) und 95-80-7 (Nr. 19).</p> <p>^b Azofarbstoffe, die in der Lage sind, 4-Aminoazobenzol zu bilden, erzeugen unter der Bedingung dieses Verfahrens Anilin und/oder 1,4-Phenylendiamin. Das Vorhandensein dieser Farbstoffe ist unter Verwendung von ISO 17234-2 zu prüfen.</p> <p>^c Zusätzliche aromatische Amine aus der chinesischen Norm GB 20400-2006.</p>				

4 Kurzbeschreibung

Die Lederprobe ist nach dem Entfetten bei 70 °C in einem geschlossenen System mit Natriumdithionit in einer wässrigen Pufferlösung (pH-Wert 6) zu behandeln. Die bei der reduktiven Spaltung freigesetzten Amine sind mittels Flüssig-Flüssig-Extraktion unter Anwendung von Kieselgursäulen in eine *tert*-Butylmethylether-Phase zu überführen. Der *tert*-Butylmethylether-Extrakt ist anschließend unter milden Bedingungen im Vakuum am Rotationsverdampfer einzuengen, und der Rückstand ist in Abhängigkeit von dem zum Nachweis der Amine angewendeten Verfahren in einem geeigneten Lösemittel zu lösen.

Der Nachweis der Amine erfolgt durch Hochleistungsflüssigkeitschromatographie mit Diodenarraydetektor (HPLC-DAD) oder massenselektivem Detektor (HPLC-MS), Kapillargaschromatographie mit einem massenselektiven Detektor (GC-MS) oder durch Kapillarelektrophorese mit einem Diodenarraydetektor (CE-DAD) oder qualitativ mit Dünnschichtchromatographie (TLC, HPTLC).

Die Identifikation der Amine muss durch mindestens zwei verschiedene chromatographische Trennverfahren erfolgen, um mögliche Fehlinterpretationen durch Störsubstanzen (wie Positionsisomere der zu identifizierenden Amine) und somit Falschaussagen zu vermeiden. Die quantitative Bestimmung der Amine muss durch HPLC-DAD erfolgen.

FprEN ISO 17234-1:2014 (D)

5 Sicherheitsvorkehrungen

5.1 WARNUNG – Die in Abschnitt 3 aufgeführten aromatischen Amine sind als Stoffe mit bekannter oder vermuteter karzinogener Wirkung auf den Menschen klassifiziert.

Die Handhabung und Entsorgung dieses Stoffes 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 während des Umgangs mit pulverförmigen Farbstoffen und aromatischen Aminen eine Schutzbrille, eine Staubschutzmaske und Einmalhandschuhe zu tragen.

5.4 Anwender sollten alle nationalen und örtlichen Sicherheitsvorschriften einhalten.

6 Geräte

Übliche Laborausstattung und besonders die Folgende:

6.1 Geeignetes Reaktionsgefäß, aus temperaturbeständigem Glas mit gasdichtem Verschluss.

6.2 Trockenschrank mit Sandbad (Seesand 0,1 mm bis 0,3 mm Korngröße) oder **Wasserbad** mit Thermostat.

6.3 Thermometer, mit Fehlergrenzen von $\pm 0,5$ °C bei 70 °C.

6.4 Messkolben, mit unterschiedlichen Volumina.

6.5 Säule aus Polypropylen oder **Glas**¹⁾ mit 25 mm bis 30 mm Innendurchmesser und 140 mm bis 150 mm Länge, Glasfilter am Auslass, gefüllt mit porösem, körnigem Kieselgur.

6.6 Polypropylen- oder Polyethylen-Spritze, 2 ml.

6.7 Vakuum-Rotationsverdampfer mit Vakuumsteuerung und Wasserbad.

6.8 Pipetten, 10 ml, 5 ml, 2 ml, 1 ml.

6.9 Ultraschallbad mit Thermostat.

6.10 100-ml-Rundkolben mit Hülsenschliff NS 29/32.

6.11 Aus dem Folgenden ausgewählte **chromatographische Ausrüstung**:

6.11.1 Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC) mit Gradientensteuerung und DAD- oder MS-Detektor.

6.11.2 Kapillargaschromatographie (GC) mit massenselektivem Detektor.

6.11.3 Kapillarelektrophorese (CE) mit DAD.

1) EXtrelut® NT20, vorgefüllte Säule, angeboten von Merck, ist ein Beispiel für eine geeignete, kommerziell verfügbare Säule. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Teils der ISO 17234 und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produktes durch ISO. Gleichwertige Produkte können verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu den gleichen Ergebnissen führen.