



TÜRK STANDARDI TASARISI
DRAFT TURKISH STANDARD

tst EN ISO 17234-1

ICS 59.140.30

**DERİ - BOYALI DERİLERDE BELİRLİ AZO BOYAR
MADDELERİN TAYİNİ İÇİN KİMYASAL DENEYLER -
BÖLÜM 1: AZO BOYAR MADDELERDEN TÜRETİLEN
BELİRLİ AROMATİK AMİNLERİN TAYİN**

Leather - Chemical tests for the determination of certain
azo colorants in dyed leathers - Part 1: Determination of
certain aromatic amines derived from azo colorants

I. MÜTALAA
2012/89224

TS EN ISO 17234-1 (yayın yılı) standardı, EN ISO 17234-1 (2010) standardı ile birebir aynı olup, Avrupa Standardizasyon Komitesi'nin (CEN, Avenue Marnix 17 B-1000 Brussels) izniyle basılmıştır.

Avrupa Standartlarının herhangi bir şekilde ve herhangi bir yolla tüm kullanım hakları Avrupa Standardizasyon Komitesi (CEN) ve üye ülkelerine aittir. TSE kanalıyla CEN'den yazılı izin alınmaksızın çoğaltılamaz.

Bu tasarıya görüş verilirken, tasarı metni içerisinde kelime ve/veya ifadelerle ilgili olarak bilinen patent hakları hususunda tarafımıza bilgi ve gerekli dokümanın sağlanması da göz önünde bulundurulmalıdır

TÜRK STANDARDLARI ENSTİTÜSÜ
Necatibey Caddesi No.112 Bakanlıklar/ANKARA

Kaynak

[1] Regulation (EC) No. 1907/2006 of the European Parliament and of the Council of 18 December 2006, Official Journal of the European Union, L136, 29.5.2007. Available at the address (2009-09-25): <http://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=OJ:L:2007:136:0003:0280:en:PDF>

Ön Söz

- Bu tasarı CEN tarafından kabul edilen EN 17234-1 (2010) standardı esas alınarak, TSE Tekstil İhtisas Kurulu'na bağlı TK34 Tekstil Teknik Komitesi'nce hazırlanmıştır.
- TS EN ISO 17234 'Deri - Boyalı derilerde belirli azo boyar maddelerin tayini için kimyasal deneyler' genel başlığı altında aşağıdaki bölümlerden oluşmaktadır:
- Bölüm 1: Azo boyar maddelerden türetilen aromatik aminlerin tayini
- Bölüm 2: 4-aminoazobenzen tayini.

İçindekiler

1	Kapsam	1
2	Atıf yapılan standard ve/veya dokümanlar	1
3	Genel	1
4	Prensip	2
5	Güvenlik Önlemleri	3
6	Cihazlar	3
7	Reaktifler	4
8	Numene alma ve numunelerin hazırlanması	4
9	İşlem	4
9.1	Yağdan giderme	4
9.2	İndirgenerek parçalanma	4
9.3	Sıvı-sıvı ekstraksiyonu	5
9.4	Analitik sistemin kontrol edilmesi	5
10	Kalibrasyon	5
11	Kromatografik analiz	5
11.1	Genel	5
11.2	Kantitatif ve kalitatif tayin için kromatografik analiz: Yüksek performanslı sıvı kromatografi (HPLC)	5
11.3	Kalitatif tayin için kromatografik analiz	6
12	Değerlendirme	7
13	Analiz raporu	7
14	Yöntemin kesinliği	8
Kaynak	9

Deri - Boyalı derilerde belirli azo boyar maddelerin tayini için kimyasal deneyler - Bölüm 1: Azo boyar maddelerden türetilen aromatik aminlerin tayini

1 Kapsam

Bu standard, belirli aromatik aminler açığa çıkarabilen belirli azo boyar maddelerin kullanımının tayinini kapsar.

2 Atıf yapılan standard ve/veya dokümanlar

Bu standardda, tarih belirtilerek veya belirtilmeksizin diğer standard ve/veya dokümanlara atıf yapılmaktadır. Bu atıflar metin içerisinde uygun yerlerde belirtilmiş ve aşağıda liste hâlinde verilmiştir. Tarih belirtilen atıflarda daha sonra yapılan tadil veya revizyonlar, atıf yapan bu standardda da tadil veya revizyon yapılması şartı ile uygulanır. Atıf yapılan standard ve/veya dokümanın tarihinin belirtilmemesi halinde en son baskısı kullanılır.

EN, ISO, IEC vb. No	Adı (İngilizce)	TS No ¹⁾	Adı (Türkçe)
ISO 2418	Leather - Chemical, physical and mechanical and fastness tests - Sampling location	TS EN ISO 2418	Deri - Kimyasal, fiziksel, mekanik ve haslık deneyleri - Numune alma bölgeleri
ISO 3696:1987	Water for analytical laboratory use - Specification and test methods	TS ISO 3696/1996	Su - Analitik laboratuvarında kullanılan - Özellikler ve deney metotları
ISO 4044	Leather - Chemical tests -Preparation of chemical test samples	TS EN ISO 4044*	Deriler - Kimyasal deneyler - Kimyasal deney numunelerinin hazırlanması
ISO 17234-2	Leather - Chemical tests for the determination of certain azo colorants in dyed leathers - Part 2: Determination of 4-aminoazobenzene	TS EN ISO 17234-2	Deri - Boyalı derilerde belirli azo boyar maddelerin tayini için kimyasal deneyler. Bölüm 2: 4-aminoazobenzen tayini

3 Genel

Belirli azo boyar maddeler, azo grubun/grupların indirgenerek parçalanmasıyla,1907/2006 sayılı AB düzenlemesi Ek 8'de listelenen (bk. Çizelge 1) aşağıdaki aromatik aminlerden bir veya daha fazlasını açığa çıkarabilir.

Mevcut bilimsel bilgilere göre, azo boyar maddelerin parçalanmasıyla boyalı deriler kanıtlanırsa bu işlem şartları altında (bk. Madde 9.2), Çizelge 1'de belirtilen aminlerden bir veya daha fazlası gözlenirse ve herhangi birinden 30 mg/kg'dan daha fazla tespit edilirse, kullanımı üretimde veya deri ile muamelede yasaklanır.

Bilimsel bilginin mevcut durumuna göre, bu işlemler altında (bk. Madde 9.2), parçalanarak Çizelge 1'de belirtilen bir veya daha fazla amin üretilirse ve bunlardan herhangi birinin tayin edilen miktarı 30 mg/kg'ı aşarsa derinin imalatında veya muamele edilmesinde yasaklanmış azo boyar maddelerin kullanıldığının kanıtlandığı dikkate alınır.

¹⁾ TSE Notu: Atıf yapılan standartların TS numarası ve Türkçe adı 3. ve 4. kolonda verilmiştir.

Çizelge 1 - 1907/2006 sayılı AB düzenlemesi Ek 8'de listelenen aromatik aminler

No.	CAS numarası	İndeks numarası	EC numarası	Maddeler
1	92-67-1	612-072-00-6	202-177-1	bifenil-4-il-amin 4-aminobifenil ksenilamin
2	92-87-5	612-042-00-2	202-199-1	benzidin
3	95-69-2		202-441-6	4-kloro-o-toluidin
4	91-59-8	612-022-00-3	202-080-4	2-naftilamin
5 ^a	97-56-3	611-006-00-3	202-591-2	o-aminoazotoluen 4-amino-2',3-dimetilazobenzen 4-o-tolilazo-o-toluidin
6 ^a	99-55-8		202-765-8	5-nitro-o-toluidin
7	106-47-8	612-137-00-9	203-401-0	4-kloroanilin
8	615-05-4		210-406-1	4-metoksi-m-fenilendiamin
9	101-77-9	612-051-00-1	202-974-4	4,4'-metilendianilin 4,4'-diaminodifenilmetan
10	91-94-1	612-068-00-4	202-109-0	3,3'-diklorobenzidin 3,3'-diklorobifenil-4,4'-il-endiamin
11	119-90-4	612-036-00-X	204-355-4	3,3'-dimetoksibenzidin o-dianisidin
12	119-93-7	612-041-00-7	204-358-0	3,3'-dimetilbenzidin 4,4'-bi-o-toluidin
13	838-88-0	612-085-00-7	212-658-8	4,4'-metilendi-o-toluidin
14	120-71-8		204-419-1	6-metoksi-m-toluidin p-kresidin
15	101-14-4	612-078-00-9	202-918-9	4,4'-metilen-bis-(2-kloro-anilin) 2,2'-dikloro-4,4'-metilen-dianilin
16	101-80-4		202-977-0	4,4'-oksidianiline
17	139-65-1		205-370-9	4,4'-tiodianilin
18	95-53-4	612-091-00-X	202-429-0	o-toluidine 2-aminotoluen
19	95-80-7	612-099-00-3	202-453-1	4-metil-m-fenilendiamin
20	137-17-7		205-282-0	2,4,5-trimetilanilin
21	90-04-0	612-035-00-4	201-963-1	o-anisidin 2-metoksianilin
22 ^b	60-09-3	611-008-00-4	200-453-6	4-aminoazobenzen

^a CAS-numarası 97-56-3 (No. 5) ve CAS-numarası 99-55-8 (No. 6) daha sonra sırasıyla CAS-numarası 95-53-4 (No. 18) ve CAS-numarası 95-80-7 (No. 19)'a düşürülmüştür.

^b 4-aminoazobenzen oluşturabilen azo boyar maddeler bu yöntem şartları altında anilin ve 1,4-fenilendiamin oluşturur. Bu boyar maddelerin varlığı EN 17234-2 ile tayin edilmelidir.

4 Prensiptir

Yağını gidermeden sonra, deri numunesi kapalı kaptaki 70°C'de sulu tampon çözeltisi içinde (pH 6) sodyum ditiyonat ile muamele edilir. İndirgenerek parçalanma işlemiyle açığa çıkan aminler diatomit kolonu kullanarak sıvı-sıvı ekstraksiyonu ile t-bütül metil eter fazına aktarılır. T-metil bütül eter ekstraktı normal şartlar altında döner vakum buharlaştırıcıda deriştirilir ve kalıntı aminlerin tayini için kullanılan yöntemle bağlı olarak uygun bir çözücüde çözülür.

Aminlerin tayini, sıralı diyot detektörlü yüksek basınçlı sıvı kromatografi (HPLC/DAD), ince tabaka kromatografi (TLC, HPTLC) ve densitometre ile miktar tayini, alev iyonlaştırıcı detektörlü ve/veya kütle seçici detektörlü kapiler gaz kromatografi (GC/FID ve/veya MSD) veya diod sıralı detektörlü kapiler elektrofrez (CE/DAD) ile yapılır.

Aminler girişim yapan maddelerin (aminlerin konumsal izomerleri gibi) sebep olduğu herhangi bir muhtemel yanlış değerlendirmeyi önlemek için, en az iki farklı kromatografik ayırma yöntemiyle teşhis edilmelidir. Amin miktarı HPLC/DAD ile tayin edilmelidir.

5 Güvenlik Önlemleri

5.1 Madde 3'de listelenen aromatik aminler insanlar için kanserojen olduğu bilinen veya olduğundan şüphelenilen maddeler olarak sınıflandırılmıştır.

Bu maddelerle çalışma ve bu maddelerin bertaraf edilmesi, ilgili milli sağlık ve güvenlik düzenlemeleri ile tam uyum içinde olmalıdır.

5.2 Bu deney yöntemindeki malzemeler ile çalışılırken güvenli ve uygun teknikleri kullanmak, kullanıcının sorumluluğundadır. Malzeme güvenlik veri sayfaları ve diğer tavsiyeler gibi belirli detaylar için üreticiye danışılmalıdır.

5.3 İyi laboratuvar uygulaması takip edilmelidir. Bütün laboratuvar alanlarında güvenlik gözlüğü kullanılmalı toz boyar maddelerle ve aromatik aminlerle çalışırken tek kullanımlık toz maskesi kullanılmalı ve tek kullanımlık eldiven giyilmelidir.

5.4 Kullanıcılar milli ve yerel güvenlik düzenlemelerine uymalıdır.

6 Cihazlar

Genel laboratuvar cihazları, özellikle, aşağıda belirtilenler:

6.1 Uygun reaksiyon kabı sıcağa dayanıklı camdan, sıkı kapaklı.

6.2 Kum banyolu sıcak kabin, (deniz kumu 0,1 mm ila 0,3 mm) veya **termostatlı su banyosu**.

6.3 Termometre, 70°C'de 0,5°C doğrulukla ölçme yapılabilen.

6.4 Ölçülü balon, farklı hacimlerde

6.5 Polipropilen veya cam kolon²⁾, 25 mm ila 30 mm iç çapında ve 140 mm ila 150 mm uzunluğunda çıkışında bir tane cam filtre olan ve gözenekli granül diyatomit ile doldurulmuş.

6.6 Polipropilen veya polietilen enjektör, 2 mL

6.7 Vakumlu döner buharlaştırıcı

6.8 Pipetler, 10mL, 5mL, 2mL, 1mL.

6.9 Termostatlı ultrasonik banyo

6.10 Yuvarlak dipli balon, 100 mL NS 29132 standart rodajlı.

6.11 Aletli analiz cihazları

- HPTLC veya TLC için otomatik uygulayıcı.
- Densitometre.
- DAD'lı kapiler elektroforez
- Kapiler GC, bölünmüş veya bölünmemiş enjektör, tercihen MS/MSD'li.
- Akış derecesi kontrollü HPLC, tercihen DAD'lı, veya HPLC-MS

²⁾ Merck tarafından sağlanan EXTrelut® NT20 önceden doldurulmuş kolon ticari olarak mevcut uygun bir ürüne örnektir. Bu bilgi bu standardın kullanıcılarına kolaylık için verilmiş olup ve bu ürünün TS tarafından onaylandığı anlamına gelmez. Aynı sonuçlar verdiği gösterilmek kaydıyla, eşdeğer ürünler kullanılabilir.

7 Reaktifler

Aksi belirtilmediği sürece, analitik saflıkta kimyasal maddeler kullanılmalıdır.

7.1 Metanol

7.2 t-bütil metil eter

7.3 Sodyum ditiyonat, en az %87 saflıkta.

7.4 Sulu sodyum ditiyonat çözeltisi, 200 mg/mL, günlük olarak hazırlanmış.

7.5 n-Hekzan

7.6 Aminler, Çizelge 1'de listelenen (mevcut en yüksek standart saflıkta).

7.7 Aminlerin stok çözeltileri (Madde 7.6): TLC için etil asetat içinde, 400mg/L.

7.8 Aminlerin stok çözeltileri (Madde 7.6): GC, HPLC ve CE için metanol içinde, 200mg/L.

7.9 Sitrat tampon çözelti³⁾, 0,06 mol/L, pH 6, önceden (70±5)⁰C'e ön ısıtılmış.

7.10 Amin işleminin kontrolü için standard çözelti, mililitre çözücü başına 30µg amin, kullanılan analitik yöntemle ilgili olarak stok çözeltiden (Madde 7.7) veya (Madde 7.8) taze olarak hazırlanmış.

7.11 % 20'lik NaOH metanollü çözeltisi, 20 g NaOH 100mL metanolde çözülür.

7.12 Su, ISO 3696:1987 Sınıf 3'e uygun.

8 Numene alma ve numunelerin hazırlanması

Numune ISO 2418' göre alınır ve ISO 4044'e göre deri öğütülür. Numuneler ISO 2418'e göre numune almak mümkün değilse (örneğin ayakkabı, giysi gibi nihai ürünlerden deriler), deney raporlarında numune alma ile ilgili ayrıntılar deney raporunda verilmelidir. Eser miktarda olabilecek yapıştırıcı maddeler mekanik olarak uzaklaştırılmalıdır.

Analitik işlem için, reaksiyon kabına (Madde 6.1) bu öğütülmüş deriden 1,0 g temsili numune tam olarak tartılır.

9 İşlem

9.1 Yağdan giderme

1 gram öğütülmüş deri numenesi 50 mL'lik kapalı kaptan (Madde 6.1) ultrasonik banyoda (Madde 6.9) 40⁰C'de 20 dakika 20 mL n-hekzan ile (Madde 7.5) muamele edilir. Deri numunesinden n-hekzan tabakası dekante edilir. Dekante işlemi sırasında deri parçacıklarının kaybindan kaçınılmalıdır. Dekante işleminden hemen sonra numune daha önce yapıldığı şekilde 20 mL n-hekzan ile muamele edilir. Açık kaptan bir gece bırakılarak n-hekzan kalıntısı buharlaştırılır.

9.2 İndirgenerek parçalanma

Önceden (70±5)⁰C'ye ısıtılmış 17 mL tampon çözeltisi (Madde 7.9) numuneye ilave edilir. Reaksiyon kabı (Madde 6.1) sızdırmaz şekilde sıkıca kapatılır, çalkalanır ve havalandırılmalı etüv içindeki kum banyosunda veya ısıtılabilir banyoda (Madde 6.2) (70±2)⁰C'de, (25±5) dakika tutulur. Reaksiyon kabında 70⁰C reaksiyon sıcaklığına ulaşılmalıdır. Bu durum içinde termometre bulunan ilave bir kapla kontrol edilir.

³⁾ Merck tarafından sağlanan, çözelti No 1.09437.1 000 ticari olarak mevcut uygun bir ürüne örnektir. Bu bilgi bu standardın kullanıcılarına kolaylık sağlaması için verilmektedir ve bu ürünün TS tarafından onaylandığı anlamına gelmez. Aynı sonuçlar verdiği gösterilmek kaydıyla, eşdeğer ürünler kullanılabilir.

Enjektör (Madde 6.6) ile 1,5 mL sulu sodyum ditiyonat çözeltisi (Madde 7.4) ilave edilir ve kap 70°C'de 10 dakika tutulur. Sonra diğer bir 1,5 mL sodyum ditiyonat çözeltisi eklenir ve yine reaksiyon kabı 10 dakika ısıtılır. Daha sonra su ile oda sıcaklığına soğutulur.

9.3 SIVI-SIVI EKSTRAKSİYONU

Cam havan tokmağı kullanarak, lifler ezilerek reaksiyon çözeltisi dışarıya çıkarılır ve diyatomit kolonuna (Madde 6.5) dekante edilir ve 15 dakika kolon tarafından absorbe edilmesine izin verilir.

Deri liflerinin kalıntısının olduğu kaba 5 mL t-bütil metil eter (Madde 7.2) ve 1 mL %20 'lik NaOH'ın metanollü çözeltisi (Madde 7.11) eklenir. Kap kapatılır, şiddetli olarak çalkalanır ve çözelti diyatomit kolonuna (Madde 6.5) aktarılır.

Reaksiyon kabı ve lif kalıntısı önce 1×15 mL ve sonra 1×20 mL t-bütil metil eter ile yıkanır ve yıkama çözeltileri aminlerin elüsyonunun başlaması için diyatomit kolonuna aktarılır. Daha sonra doğrudan 40 mL t-bütil metil eter ile kolon temizlenir. Elüsyon çözeltisi 100 mL'lik standart rodajlı bağlantılı yuvarlak dipli balonda (Madde 6.10) toplanır.

t-metil bütil eter ekstraktı 50°C'ı geçmeyecek şekilde zayıf vakumda döner vakum buharlaştırıcıda (Madde 6.7), yaklaşık 1mL'ye (kuruluğa kadar değil) deriştirilir. Daha sonra zayıf inert gaz akışı kullanarak eter kalıntısı kuruluğa kadar buharlaştırılır.

Kalıntı hemen 2 mL'lik ölçülü balona (Madde 6.4) aktarılır ve metanolle (TLC analitik yöntemi için etil asetat) hacim tamamlanır. Bu çözelti aletli analiz için hazırdır.

9.4 Analitik sistemin kontrol edilmesi

Analiz işleminin kontrol edilmesi için önceden ısıtılmış 16 mL tampon çözeltisi (Madde 7.9) içeren reaksiyon kabına (Madde 6.1) 1,0 mL standart çözelti (Madde 7.10) eklenir. Sonra Madde 9.2 ve Madde 9.3'de belirtilen işlemler uygulanır. Amin geri kazanım oranı aşağıda belirtilen asgari gerekleri sağlamalıdır:

- Aminler No. 1 ila No. 4, No. 7, No. 9 ila No. 17, No. 20 ve No. 21: geri kazanım oranı % 70,
- Amin No.8: geri kazanım oranı %20,
- Aminler No.18 ve No. 19: geri kazanım oranı %50,
- Aminler No. 5, No. 6 ve No. 22, bk. Çizelge 1'deki dipnot.

10 Kalibrasyon

Kalibrasyon için 30 µg amin/mL içeren standart çözelti (Madde 7.10) kullanılmalı.

11 Kromatografik analiz

11.1 Genel

Çeşitli tiplerde cihazlar kullanılabilirdiğinden genel ifadeler verilememiştir. Aşağıdaki parametreler başarılı şekilde denenmiş ve bu analizler için kullanılmıştır.

11.2 Kantitatif ve kalitatif tayin için kromatografik analiz: Yüksek performanslı sıvı kromatografi (HPLC)

Elüsyon çözeltisi 1	: Metanol,
Elüsyon çözeltisi 2	: 1000 mL suda 0,575 g amonyum dihidrojen fosfat + 0,7 g disodyum hidrojen fosfat, pH 6,9,
Sabit faz	: LiChrospher 60 RP-select B ⁴⁾ (5 µm) 250 mm × 4,6 mm,
Kolon sıcaklığı	: 40 °C,
Debi	: 0,8 mL/min ila 1,0 mL/min,

⁴⁾ LiChrospher 60 RP-select B ticari olarak mevcut uygun bir ürüne örnektir. Bu bilgi bu standardın kullanıcılarına kolaylık sağlaması için verilmektedir ve bu ürünün TS tarafından onaylandığı anlamına gelmez. Aynı sonuçlar verdiği gösterilmek kaydıyla, eşdeğer ürünler kullanılabilir.

Derece	: Başlangıç: % 15 elüsyon çözeltisi 1, ondan sonra 45 dakika içinde doğrusal artışla % 80 elüsyon çözeltisi 1,
Enjeksiyon hacmi	: 10 µL,
Tespit	: 240 nm, 280 nm and 305 nm'de DAD.

11.3 Kalitatif tayin için kromatografik analiz

11.3.1 Kapiler gaz kromatografisi (GC)

Kapiler kolon	: Orta polarlık, örneğin SE 54 veya DB 5, uzunluk: 50 m, iç çap: 0,32 mm, film kalınlığı 0,5 mm,
Enjeksiyon sistemi	: bölünmüş veya bölünmemiş,
Enjeksiyon sıcaklığı	: 250 °C,
Sıcaklık programlaması	: 70 °C'de 2 dakika, 10 °C/min artışla 280 °C'ye kadar, 280 °C'de 5 dakika,
Detektör	: MSD, tarama 45 amu ila 300 amu,
Taşıyıcı gaz	: Helyum,
Enjeksiyon	: 1 µL, bölünmemiş, 2 min.

11.3.2 Kapiler Elektroferez (HPCE)

250 µL numune çözeltisi ile 50 µL HCl ($c = 0,01$ mol/L) karıştırılır ve membran filtreden (0,2 µm) geçirilir. Bu çözelti kapiler zon elektroforez ile analiz edilir.

Kapiler 1	: 56 cm, kaplanmamış, iç çapı: 50 µm, uzatılmış ışık yollu,
Kapiler 2	: 56 cm, polivinil alkol (PVA) ile kaplanmış, iç çapı: 50 µm, uzatılmış ışık yollu,
Tampon çözelti	: fosfat tampon çözelti ($c = 50$ mmol/L), pH 2,5,
Kolon sıcaklığı	: 25 °C,
Gerilim	: 30 kV _r ,
Enjeksiyon süresi	: 4 s,
Temizleme süresi	: 5 s,
Tespit	: 214 nm, 240 nm, 280 nm, 305 nm DAD.

11.3.3 İnce tabaka kromatografisi (TLC)

11.3.3.1	Plakalar (HPTLC)	: Silika jel ve flüoresans indikatör F254, 20 cm × 10 cm,
	Uygulanan hacim	: otomatik uygulayıcı ile çizgi olarak uygulanan 5 µL,
	Hareketli çözücü	: hacimce 90:10 kısım kloroform:asetik asit.
11.3.3.2	Plakalar (TLC)	: silika jel 60, 20 × 10 cm, doygun hazne,
	Uygulanan hacim	: otomatik aplikatör ile nokta olarak uygulanan 10 µL,
	Hareketli çözücü 1	: hacimce 60:30:10 kısım kloroform:etil asetat:asetik asit,
	Hareketli çözücü 2	: hacimce 95:5 kısım kloroform:metanol,

Reaktif 1 : KOH (c = 1 mol/L) içinde % 0,1 NaNO₂,

Reaktif 2 : KOH (c = 1 mol/L) içinde % 0,2 alfa-naftol.

12 Değerlendirme

Amin derişimi, 30 µg/mL amin grup kalibrasyon çözeltileri (Madde 7.10) referans alınarak her bir amin bileşenin pik alanından, hesaplanır. Amin muhtevası kütle oranı olarak, ω, kg deri malzemesi başına mg amin bileşeni cinsinden aşağıdaki eşitliğe göre hesaplanır

$$w = \frac{A_p \cdot \rho_K \cdot V}{A_K \cdot m}$$

Burada:

A_p : Numunedeki aminin pik alanı, alan birim olarak,

A_K : Kalibrasyon çözeltilisindeki amin pik alanı, alan birim olarak,

ρ_K : Kalibrasyon çözeltilisindeki amin derişimi, µg/mL,

V : Madde 9.3'de tamamlanan numunenin hacmi (son numune hacmi), mL,

m : Son numune hacminde deri numunesinden hesaplanan kütle kısmı, g.

13 Analiz raporu

Herhangi bir analiz raporu ve bu analitik işleme atıf yapmalı ve aşağıdaki ayrıntıları belirtmelidir.

- Bu standarda atıf,
- Analizi yapılan eşyanın veya bir kısmının tipi, kaynağı ve kısa gösterimi,
- Analitik işlemde herhangi bir sapma, özellikle herhangi bir ilave adım yapılmışsa,
- Yapılan ayırma işleminin beyan ve tespit için kullanılan yöntemler (pozitif sonucu teyit etmek için ikinci bir kullanılmalıdır),
- Aminlerin analitik sonuçları, kilogram başına miligram olarak (bk. Madde 12), münferit olarak listelenmeli ve aşağıda belirtilen teşhis eşik değerlerine göre rapor edilmelidir.

Her bir bileşenin amin seviyesinin < 30 mg/kg olması durumunda:

Gerçekleştirilen analize göre, listelenen aromatik aminleri açığa çıkaran azo boyar maddeler tespit edilmemiştir.

Her bir bileşiminin amin seviyesinin > 30 mg/kg olması durumunda,

Analiz sonucuna göre, sunulan deri, listelenen aminlerden bir veya daha fazlasını açığa çıkaran azo boyar maddelerle imal edilmiş veya muamele edilmiştir.

4-aminodifenil ve/veya 2-naftilamin seviyesinin > 30 mg/kg olması durumunda,

Bu analitik yöntemin kullanılmasıyla 4-aminodifenil ve/veya 2-naftilamin tespit edilmiştir. Mevcut bilimsel bilgilere göre, aminler açığa çıkaran azo boyar maddelerin kullanımı herhangi bir ilave bilgi olmadan kesin olarak teyit edilemez.

14 Yöntemin kesinliği

Çizelge 2'de belirtilen veriler farklı deri türlerinin üzerinde yapılan laboratuvarlar arası işbirliği sonucu elde edilmiştir. Veriler DAD'lı HPLC kullanılmasıyla elde edilmiştir. Numuneler ISO 4044'e göre öğütülmüştür. Sıvı-sıvı ekstraksiyonu için Merck kolon, EXtrelut® NT20 tip Kısım No. 11737, kullanılmıştır.

Çizelge 2 - Laboratuvarlar arası çalışma – Kesinlik verileri

Deri numunesi	Tespit edilen aminler	Ortalama mg/kg	Tekrarlanabilirlik mg/kg r	Uyarlılık mg/kg R
A	Benzidin	13,5	5,4	8,4
	3,3'-Dimetoksi benzidin	15,4	4,4	6,4
	3,3'-Dimetil benzidin	20,5	7,1	9,5
B	Benzidin	12,9	3,8	8,9
	2-Toluidin	37,5	15,4	38,5
C	3,3'-Dimetil benzidin	25,6	8,0	17,0
	2-Toluidin	50,1	20,2	42,1
D	Benzidin	16,5	3,0	7,1