

O'ZBEKISTON MILLIY STANDARTI

Charm. Bo'yalgan charmda azo bo'yoqlar miqdorini aniqlash usullari. 1-qism. Azo
bo'yoqlardan olingan aromatik aminlar miqdorini aniqlash

(ISO 17234-1:2020, IDT)

Rasmiy nashr

O'zbekiston standartlar instituti

Toshkent

So‘z boshi

1 O‘zbekiston standartlar instituti tomonidan QABUL QILISHGA TAQDIM ETILDI.

2 O‘zbekiston standartlar institutining 2024-yil 12 - avgustdagi 45/XSt-son buyrug‘i bilan TASDIQLANDI.

3 Ushbu standart ISO 17234-1:2020 “Leather. Chemical tests for the determination of certain azocolourants in dyed leathers. Part 1: Determination of certain aromatic amines derived from azo colourants” xalqaro standartiga aynan o‘xshash.

4 DASTLABKI AMALGA KIRITILISHI

Ushbu standart va unga bo‘lgan o‘zgartishlarni O‘zbekiston hududida amalga kiritish haqidagi axborot Standartlashtirish bo‘yicha milliy organning rasmiy veb-saytlari va standartlarning yillik axborot ko‘rsatkichlarida qayd etiladi. Ushbu standartni qayta ko‘rib chiqish yoki bekor qilish haqidagi muvofiq axborot Standartlashtirish bo‘yicha milliy organning rasmiy veb-saytlari va standartlarning yillik axborot ko‘rsatkichlarida qayd etiladi.

Ushbu standartni O‘zbekiston Respublikasi hududida rasmiy chop etish mutlaq huquqi O‘zbekiston standartlar institutiga tegishli

Mundarija

1.	Qo‘llanish doirasi.....	1
2.	Standartlarga havolalar.....	1
3.	Atamalar va ta’riflar.....	1
4.	Umumiy qoidalar.....	2
5.	Tamoyil.....	2
6.	Xavfsizlik choralari.....	5
7.	Qurilmalar.....	6
8.	Reagentlar	9
9.	Namuna olish va namunalar tayyorlash.....	10
10.	Tartib-taomil	11
11.	Xromatografik tahlillar.....	
12.	Kalibrlash.....	
13.	Baholash.....	
14.	Sinov bayonnomasi.....	
15.	A ilova	
16.	B ilova.....	
17.	C ilova.....	
18.	D ilova.....	
19.	Bibliografiya.....	

Kirish

ISO (Xalqaro standartlashtirish tashkiloti) - milliy standartlar organlarining (ISO a'zolari) butun dunyo federatsiyasi. Xalqaro standartlarni tayyorlash bo'yicha ishlar odatda ISO texnik qo'mitalari orqali amalga oshiriladi. Texnik qo'mita tashkil etilgan mavzudan manfaatdor bo'lgan har bir a'zo organ ushbu qo'mitada vakillik qilish huquqiga ega. Ishda ISO bilan hamkorlikda xalqaro tashkilotlar, davlat va nodavlat tashkilotlar ham ishtirok etmoqda. ISO Xalqaro elektrotexnika komissiyasi (IEC) bilan elektrotexnika standartlashtirishning barcha masalalari bo'yicha yaqindan hamkorlik qiladi.

Ushbu standartni ishlab chiqishda qo'llaniladigan tartib-taomillar va uni keyingi ta'mirlash uchun mo'ljallangan tartib-taomillar ISO/IEC Direktivlarining 1-qismida tasvirlangan. Xususan, har xil turdagi ISO hujjatlari uchun zarur bo'lgan turli xil tasdiqlash mezonlariga e'tibor qaratish lozim. Ushbu hujjat ISO/IEC direktivalarining 2-qismining tahrir qoidalariga muvofiq ishlab chiqilgan (qarang.www.iso.org/directives).

Ushbu standartning ayrim elementlari patent huquqlarining predmeti bo'lishi mumkinligiga e'tibor qaratiladi. ISO patent huquqlarining birortasini yoki barchasini aniqlash uchun javobgar emas. Hujjatni ishlab chiqish jarayonida aniqlangan har qanday patent huquqlarining tafsilotlari Kirishda va/yoki olingan patent deklaratsiyalarining ISO ro'yxatida bo'ladi (qarang.www.iso.org/patents).

Ushbu standartda foydalanilgan har qanday savdo nomi foydalanuvchilarning qulayligi uchun berilgan ma'lumotdir va tasdiqni tashkil etmaydi.

Standartlarning ixtiyoriyligi, muvofiqlikni baholash bilan bog'liq ISO maxsus atamalari va iboralarining ma'nosi, shuningdek, savdodagi texnik to'siqlar (TBT) bo'yicha ISOning Jahon Savdo Tashkilotining (JST) tamoyillariga sodiqligi haqida ma'lumot olish uchun qarang.www.iso.org/iso/foreword.html .

Ushbu standart Xalqaro charm texnologlari va kimyogarlari jamiyatlari ittifoqining Kimyoviy sinov komissiyasi (IUC komissiyasi, IULTCS) tomonidan Evropa standartlashtirish qo'mitasi (CEN) CEN/TC 289 Texnik qo'mitasi bilan hamkorlikda tayyorlangan. CharmISO va CEN o'rtasidagi texnik hamkorlik to'g'risidagi bitimga (Vena kelishuvi) muvofiq kotibiyati UNI tomonidan amalga oshiriladi. Bu usul 2003-yil 31-mayda Meksikaning Kankun shahrida bo'lib o'tgan IULTCS delegatlarining yig'ilishida rasmiy usul deb e'lon qilingan IUC 20 uslubiga texnik jihatdan o'xshaydi.

IULTCS, dastlab 1897 yilda tashkil etilgan bo'lib, charm fan va texnologiyasini yanada rivojlantirish uchun professional charm jamiyatlarining butun dunyo bo'ylab tashkilotidir. IULTCS ning uchta komissiyasi mavjud bo'lib, ular charmdan namuna olish va sinovdan o'tkazish uchun xalqaro usullarni o'rnatish uchun mas'uldir. ISO IULTCSni charm uchun sinov usullarini tayyorlash bo'yicha xalqaro standartlashtiruvchi organ sifatida tan oladi.

Ushbu uchinchi nashr texnik jihatdan qayta ko'rib chiqilgan ikkinchi nashrni (ISO 17234-1:2015) bekor qiladi va almashtiradi.

Oldingi nashrga kiritilgan asosiy o'zgarishlar quyidagilardan iborat:

- yangi 3-band qo'shilgan;
- texnik o'zgarishlar 7-band va 8-band ;
- usulni takomillashtirish maqsadida 9-band va 10-bandga o'zgartirishlar kiritilsin;

- C Ilova sinov bayonnomasida noto'g'ri-ijobiy natijalar, tavsiya etilgan tartib-taomillar va tavsiya etilgan sharhlarga misollar keltirish uchun kengaytirildi;

- yangi ma'lumot D ilova qo'shildi.

ISO 17234 seriyasidagi barcha qismlar ro'yxatini ISO veb-saytida topish mumkin.

Ushbu standart bo'yicha har qanday fikr-mulohazalar yoki savollar foydalanuvchining milliy standartlar organiga yo'naltirilishi kerak. Ushbu organlarning to'liq ro'yxatini quyidagi manzilda www.iso.org/members.html topishingiz mumkin.

Ushbu standartni talqin qilish yoki qo'llashda tushunmovchiliklar yuzaga kelganda standartning asli yozilgan tillarining biridan foydalanish tavsiya etiladi.

O'ZBEKISTON MILLIY STANDARTI

Charm. Bo'yalgan charmda azo bo'yoqlar miqdorini aniqlash usullari. 1-qism. Azo bo'yoqlardan olingan aromatik aminlar miqdorini aniqlash

Кожа. Методы определения содержания азокрасителей в окрашенной коже. Часть 1. Определение содержания ароматических аминов, полученных из азокрасителей

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

Amalga kiritish sanasi 12.10.2024

1 Qo'llanish doirasi

Ushbu standart ba'zi aromatik aminlarni chiqarishi mumkin bo'lgan ba'zi azo bo'yoqlardan foydalanishni aniqlash usulini belgilaydi.

2 Standartlarga havolalar

Quyidagi hujjatlar matnda shunday atalganki, ularning bir qismi yoki barcha mazmuni ushbu hujjat talablarini tashkil qiladi. Sanasi ko'rsatilgan havolalar uchun faqat keltirilgan nashr amal qiladi. Sanasi ko'rsatilmagan havolalar uchun havola qilingan hujjatning so'nggi nashri (shu jumladan har qanday tuzatishlar) qo'llaniladi.

ISO 2418 Charm. Kimyoviy fizik-mexanik va chidamlilik sinovlari. Namuna olish joyi (Leather. Chemical, physical and mechanical and fastness tests. Sampling location)

ISO 3696 Analitik laboratoriyada foydalanish uchun suv. Spetsifikatsiya va sinov usullari (Water for analytical laboratory use. Specification and test methods)

ISO 4044 Charm. Kimyoviy sinovlar. Kimyoviy sinov namunalarini tayyorlash (Leather. Chemical tests. Preparation of chemical test samples)

ISO 17234-2 Charm. Bo'yalgan charmlarda ma'lum azo rang beruvchi moddalarni aniqlash uchun kimyoviy sinovlar. 2-qism: 4-aminoazobenzolni aniqlash (Leather. Chemical tests for the determination of certain azo colorants in dyed leathers. Part 2: Determination of 4-aminoazobenzene).

3 Atamalar va ta'riflar

ISO va IEC standartlashtirishda foydalanish uchun terminologik ma'lumotlar bazasini quyidagi manzillarda saqlaydi:

— ISO Onlayn ko'rish platformasi: <https://www.iso.org/obp> mavjud

— IEC Electropedia: <http://www.electropedia.org/> mavjud.

4 Umumiy qoidalar

Ba'zi azo bo'yoq moddalari azo guruhi(lar)ning reduktiv bo'linishi orqali Evropa Ittifoqining 1907/2006-sonli qoidalari, XVII-ilova, 8-ilovada sanab o'tilgan aromatik aminlarning bir yoki bir nechtasini chiqarishi mumkin ^[2] va GB 20400-2006 ^[3] (1-jadval).

1-jadval - 1907/2006-sonli Evropa Ittifoqi qoidalari, XVII-ilova, 8-ilovada keltirilgan aromatik aminlar ^[2] va GB 20400-2006 ^[3]

Yo'q.	CAS raqami	Indeks raqami	EC raqami	Moddalar
1	92-67-1	612-072-00-6	202-177-1	bifenil-4-ilamin 4-aminobifenil ksenilamin
2	92-87-5	612-042-00-2	202-199-1	benzidin
3	95-69-2	612-196-00-0	202-441-6	4-xlor-o-toluidin
4	91-59-8	612-022-00-3	202-080-4	2-naftilamin
5a	97-56-3	611-006-00-3	202-591-2	o-aminoazotoluol 4-amino-2',3-dimetilazobenzol 4-o-tolilazo-o-toluidin
6a	99-55-8	612-210-00-5	202-765-8	5-nitro-o-toluidin 2-amino-4-nitrotoluol
7	106-47-8	612-137-00-9	203-401-0	4-xloroanilin
8	615-05-4	612-200-00-0	210-406-1	4-metoksi-m-fenilendiamin 2,4diaminoanizol
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'-diklorbenzidin 3,3'-diklorobifenil-4,4'-ilendiamin
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	612-209-00-X	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-xloro-anilin) 2,2'-dikloro-4,4'-metilen-dianilin
16	101-80-4	612-199-00-7	202-977-0	4,4'-oksidianilin
17	139-65-1	612-198-00-1	205-370-9	4,4'-tiodanilin
18	95-53-4	612-091-00-X	202-429-0	o-toluidin 2-aminotoluol
19	95-80-7	612-099-00-3	202-453-1	4-metil-m-fenilendiamin 2,4tol-uylendiamin 2,4-diaminotoluol
20	137-17-7	612-197-00-6	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-aminoazobenzol

23 ^c	95-68-1	612-027-00-0	202-440-0	2,4-ksilidin 2,4-dimetilbenzol-1-amin
24 ^c	87-62-7	612-161-00-X	201-758-7	2,6-ksilidin 2,6-dimetilbenzol-1-amin
^a 97-56-3 (№ 5) va 99-55-8 (6-raqam) CAS raqamlari 95-53-4 (№ 18) va 95-80-7 (no. 95-80-7) ga qisqartirildi. 19).				
^b Ushbu usulda 4-aminoazobenzol hosil qila oladigan azo bo'yoqlar anilin CAS raqami 62-53-3) va 1,4-fenilendiamin (CAS raqami 106-50-3) hosil bo'ladi. Ushbu bo'yoqlarning mavjudligi ISO 17234-2 bo'yicha sinovdan o'tkazilishi kerak. ° GB 20400-2006 da qo'shimcha aromatik aminlar.				

5 Tamoyil

Yog'sizlantirishdan so'ng, charm namunasi yopiq idishda 70 °C da suvli bufer eritmasida (pH 6) natriy ditionit bilan ishlov beriladi. Reduktiv parchalanish jarayonida ajralib chiqadigan aminlar a ga o'tadit -butilmetil efir (8.5) diatomli tuproq ustunlari yordamida suyuqlik-suyuqlik ekstraksiyasi orqali faza. t-butilmetil efir (8.5) keyin ekstrakt yumshoq sharoitda aylanadigan vakuumli bug'latgichda konsentratsiyalanadi va qoldiq aminlarni aniqlash uchun qo'llaniladigan usulga qarab mos erituvchida eritiladi (A ilova).

Aminlarni aniqlash diodli massiv detektor (DAD) yoki massa selektiv detektor (HPLC-MS), massa selektiv detektorli kapillyar gaz xromatografiyasi (GC-MS) yordamida yoki yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi (HPLC) diodli massiv detektor (CE-DAD) bilan kapillyar elektroforez yoki sifat jihatidan yupqa qatlamli xromatografiya (TLC, HPTLC) yordamida amalga oshiriladi.

Interferensiya qiluvchi moddalar (masalan, aniqlanishi kerak bo'lgan aminlarning pozitsion izomerlari) va shuning uchun har qanday noto'g'ri bayonotlar tufayli yuzaga kelishi mumkin bo'lgan noto'g'ri talqinlarni oldini olish uchun aminlar kamida ikkita turli xil xromatografik ajratish usullari yordamida aniqlanishi kerak. Amin miqdorini aniqlash HPLC-DAD yoki GC-MS tomonidan amalga oshiriladi.

Diatomli tuproq ustunlarisiz suyuqlik-suyuqlik ekstraksiyasi yordamida skrining usuli D ilovada tasvirlangan.

6 Xavfsizlik choralari

OGOHLANTIRISH – Ro'yxatda keltirilgan aromatik aminlar 4-band inson kanserogeni ekanligi ma'lum yoki gumon qilingan moddalar sifatida tasniflanadi.

6.1 Ushbu sinov usulida materiallar bilan ishlashda xavfsiz va to'g'ri texnikadan foydalanish foydalanuvchining javobgarligidir. Materiallar xavfsizligi ma'lumotlari varaqlari va boshqa tavsiyalar kabi aniq tafsilotlar uchun ishlab chiqaruvchilar bilan maslahatlashing.

6.2 Yaxshi laboratoriya amaliyotiga rioya qilish kerak. Barcha laboratoriya joylarida himoya ko'zoynaklarini taqing, chang bo'yoqlari va aromatik aminlar bilan ishlaganda changga qarshi respirator va bir martalik qo'lqoplardan foydalaning.

6.3 Milliy va mahalliy xavfsizlik qoidalari qo'llanilishi mumkin.

7 Qurilma

Odatiy laboratoriya jihozlari, xususan, quyidagilar:

7.1, gaz o'tkazmaydigan yopilgan haroratga chidamli shishadan tayyolangan regishli reaksiya idishi.

7.2 Tegishli isitish tizimi, $(70 \pm 2) ^\circ\text{C}$ da.

7.3 Polipropilen yoki shisha ustun, ichki diametri 25 mm dan 30 mm gacha, uzunligi 130 mm dan 150 mm gacha, 20 g diatomli tuproq bilan o'ralgan, chiqish joyida shisha tolali filtr o'rnatilgan.

Diatomli tuproq ustunlari oldindan qadoqlangan holda sotib olinadi va xuddi shunday ishlatiladi yoki 20 g diatomli tuproq ko'rsatilgan o'lchamdagi shisha yoki polipropilen ustunga o'ralishi mumkin.

7.4 Vakuum nazorati va suv hammomi bilan vakuumli aylanadigan bug'lanish moslamasi.

7.5 Pipetkalar, kerakli o'lchamlarda yoki o'zgaruvchan pipetkalarda.

7.6 Termostatli ultratovushli vanna.

7.7 Xromatografik uskunalari, quyidagilardan tanlangan:

7.7.1 Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi (HPLC) va DAD yoki MS.

7.7.2 Kapillyar gaz xromatografiyasi (GC), MS bilan.

7.7.3 Kapillyar elektroforez (CE), DAD bilan.

7.7.4 Yupqa qatlamli xromatografiya (TLC) yoki Yuqori samarali yupqa qatlamli xromatografiya (HPTLC).

Izoh - Xromatografik uskunaning tavsifi (7.7) A ilovada berilgan.

Reaktivlar

Agar boshqacha ko'rsatilmagan bo'lsa, analitik darajadagi kimyoviy moddalar qo'llanilishi kerak.

8.1 n- geksan.

8.2 Sitratli bufer eritmasi, 0,06 mol/l, pH = 6, oldindan qizdirilgan $(70 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

8.3 Natriy ditionitning suvli eritmasi, $r = 200 \text{ mg/ml}$, yangi tayyorlangan, yopiq idishda soat dam olgandan so'ng darhol foydalanish uchun

Izoh - Asetonitril bu eritma uchun mos erituvchi bo'lib, aminlarning yaxshi barqarorligini ta'minlaydi.

8.9.3 Amin jarayonini nazorat qilish uchun standart eritma, Bir millilitr hal qiluvchi uchun 30 μg amin, (8.9.1 yoki 8.9.2) analitik usulga qarab birja eritmalaridan yangi tayyorlangan

8.9.4 Eritmadagi ichki standart (IS), $p = 10 \mu\text{g IS/ml}$ t-butilmetil efir (8.5).

GC-MS tahlilida quyidagi ichki standartlardan biri qo'llanilishi mumkin:

— IS1: naftalin-d8, CAS raqami: 1146-65-2;

— IS2: 2,4,5-trikloroanilin (TCA), CAS raqami: 636-30-6;

— IS3: antratsen-d10, CAS raqami: 1719-06-8.

8.10 Suv, ISO 3696 bo'yicha 3-darajali.

9 Namuna olish va namunalar tayyorlash

Charm namunalari ISO 2418 ga muvofiq olinishi va ISO 4044 ga muvofiq tayyorlanishi kerak. Agar ISO 2418 ga muvofiq namuna olish imkoni bo'lmasa (masalan, poyabzal yoki kiyim-kechak kabi tayyor mahsulotlardan charmlar uchun), namuna olish haqidagi ma'lumotlar ko'rsatilishi kerak. sinov hisobotida ko'rsatilgan. Har qanday yopishtiruvchi izlar mexanik ravishda olib tashlanishi kerak.

Rangli naqshli charm matolari uchun turli xil ranglar imkon qadar alohida hisobga olinishi kerak. Har xil sifatli charmdan tashkil topgan tovarlar uchun har xil sifatdagi namunalar alohida tahlil qilinadi.

Analitik tartib-taomil uchun reaksiya idishida 1,0 g charm namunasini aniq torting (7.1).

10 Tartib-taomil

10.1 Yog'sizlantirish

1,0 g charmni yopiq 50 ml idishda ishlang (7.1) 40 ml bilann-geksan (8.1) ultratovushli vannada (7.6) (40 ± 2) °C da 40 daqiqa.

Charm namunasidan n-geksan qatlamini tushiring. Dekanatsiya paytida charm zarralarini yo'qotishning oldini olish kerak. Qoldiq n-geksanni hech bo'lmaganda bir kechada ochiq idishda bug'lang.

10.2 Reduktiv bo'linish

Namunaga (70 ± 2) °C ga oldindan qizdirilgan 15 ml bufer eritmasi miqdorini qo'shing (8.9).

Reaksiya idishini mahkam yoping va (30 ± 1) min davomida (70 ± 2) °C da davolang.

Keyin 3 ml suvli natriy ditionit eritmasi qo'shing (8.3) azo guruhlarini reaksiya idishiga reduktiv ajralish uchun, keyin kuchli silkiting va darhol (70 ± 2) °C da yana (30 ± 1) min ushlab turing. Keyin muz, suv va tuzning sovutish aralashmasi bilan 2 min ichida xona haroratiga (20 °C dan 25 °C gacha) sovutib oling.

10.3 Suyuq-suyuqlik ekstraksiyasi

1,5 ml NaOH eritmasidan qo'shing (8.4) reaksiya eritmasiga soling va kuchli silkiting. Reaksiya eritmasini diatomli tuproq ustuniga o'tkazing (7.3) va 15 min davomida ustun tomonidan so'rilishini ta'minlang.

Shu bilan birga, 10 ml qo'shing t-butilmetil efir (8.5) reaksiya idishiga soling va kuchli silkiting. 15 daqiqadan so'ng suvni to'kib tashlangt-butilmetil efir (8.5) ustunning yuqori qismiga soling va eluatni 250 ml hajmdagi dumaloq pastki kolbaga to'plang.

Reaksiya idishini 10 ml bilan yuvingt-butilmetil efir (8.5) va erituvchini ustunga o'tkazing. Keyin 60 ml t-butilmetil efir (8.5) to'g'ridan-to'g'ri ustunga quyning.

Aminni aniqlash va miqdorini aniqlash uchunt-butilmetil efir ekstrakti 50 °C dan past haroratda va taxminan 450 mbar bosimda vakuumli aylanish bilan 5 ml dan kam hajmga (quruqlikka qadar) konsentratsiyalanadi. Agar boshqa erituvchiga o'tish zarur bo'lsa, inert gazning zaif oqimi orqali erituvchining qolgan qismini juda ehtiyotkorlik bilan olib tashlang

1-Izoh. Erituvchini olib tashlash (aylanuvchi vakuumli evaporatorda konsentratsiya, quruqlikka qadar bug'lanish) mumkin. nazoratsiz sharoitlarda amalga oshirilsa, katta amin yo'qotishlariga olib keladi.

Xromatografiya [asetonitril (8.7) yordamida aminlarni aniqlash uchun ekstrakt yoki qoldiqni tegishli erituvchi bilan 2,0 ml gacha hosil qiling, t-butilmetil efir (8.5) yoki metanol (8.6)] kechiktirmasdan. To'liq tahlilni (24 ± 1) h ichida bajarish imkoni bo'lmasa, ekstraktni (-18 ± 3) °C darajasida saqlang va tahlil qilishdan oldin ehtiyotkorlik bilan xona haroratiga qizdiring.

2-Izoh. Matritsa tufayli 2,4-diaminotoluol va 2,4-diaminoanizol kabi individual aminlar ehtimoli bor. ayniqsa metanolda juda zaif barqarorlikni namoyon qilish. Ish tartibida kechikishlar sodir bo'lganda, aminlarni instrumental o'lchash vaqtida aniqlab bo'lmaydi.

10.4 Analitik tizimni tekshirish

Tahlil qilish jarayonini tekshirish uchun ma'lum miqdordagi x15 ml bufer eritmasi bo'lgan reaksiya idishida yakuniy konsentratsiya sifatida mg/l (8.9) aminlarni qo'shing).

Keyin maqolada ko'rsatilgan tartibni bajaring 10.3 .

Aminni olish darajasi quyidagi minimal talablarga javob berishi kerak:

No 8: tiklanish darajasi 20 % aminlar № 1 dan 4 gacha, 7, 9 dan 17 gacha va 20 dan 21 gacha: tiklanish darajasi 70 %;

- amin No 8: tiklanish darajasi 20 %;
- aminlar № 18, 19, 23 va 24: tiklanish darajasi 50 %;
- 5, 6 va 22 aminlar, izohlarga 1-jadvalga qarang.

11 Xromatografik tahlillar

Aromatik aminlarni aniqlash 7.7-bandda keltirilgan xromatografik usullar yordamida amalga oshirilishi mumkin. Boshqa tasdiqlangan usullardan foydalanish mumkin. Aromatik aminlarning miqdori HPLC-DAD, HPLC-MS yoki GC-MS yordamida amalga oshiriladi. Gaz xromatografiyasi qo'llanilganda, tegishli ichki standartlarda 8.9.4 tavsiflangan ishga olinadi.

Agar biron bir amin bitta xromatografik usul bilan aniqlansa, tasdiqlash bir yoki bir nechta alternativ usullar yordamida amalga oshiriladi. Ikkala usul ham ijobiy natija bergan taqdirdagina natija ijobiy bo'ladi.

12 Kalibrlash

Standart eritmadan foydalaning (8.9.2) 2 µg/ml dan 30 µg/ml oralig'ida kamida uchta kalibrlash eritmasini tayyorlash.

13 Baholash

13.1 Namunadagi aminni hisoblash amin konsentratsiyasini alohida amin komponentlarining eng yuqori joylariga qarab hisoblang.

Formula (1) bo'yicha amin tarkibini massa ulushi sifatida hisoblang, w, charm materialining kilogrammi (mg/kg) uchun individual komponentning milligramlarida:

$$w = \rho_c \times \frac{A_s \times V}{A_c \times m_E}$$

Bu yerda

P_c - kalibrlash eritmasidagi amin konsentratsiyasi, millilitrga mikrogramda (µg/ml);

A_s - namuna eritmasidagi aminning eng yuqori maydoni, maydon birliklarida;

A_c - kalibrlash eritmasidagi aminning eng yuqori maydoni, maydon birliklarida;

V - 10.3 ga muvofiq namunaning hajmi (yakuniy namuna hajmi), millilitrda (ml) (bu yerda 2 ml);

m_E - charm namunasining massasi, grammada (g).

13.2 Usulning ishonchliligi

Usulning ishonchliligi uchun B ilovaga qarang.

14 Sinov bayonnomasi

Sinov bayonnomasi ushbu rasmiy usulga murojaat qilishi va kamida quyidagi jihatlar bo'yicha ma'lumot berishi kerak:

a) ushbu standartga havola, ya'ni ISO 17234-1:2020;

b) namunani aniqlash;

c) namuna olish tartibi;

d) tahliliy tartib-taomildan har qanday og'ishlar, ayniqsa bajarilgan har qanday qo'shimcha qadamlar;

e) aniqlash va tasdiqlash uchun qo'llaniladigan analitik usullarni deklaratsiyalash;

f) sinov sanasi;

g) aminlar bo'yicha tahliliy natijalar kilogramm boshiga milligramda (13-bandga qarang), individual ravishda sanab o'tilgan va identifikatsiya chegarasi qiymatlari bo'yicha quyidagicha hisobot berilgan:

Har bir amin komponentining miqdori ≤ 30 mg/kg bo'lsa:

O'tkazilgan tahlillarga ko'ra, sanab o'tilgan aromatik aminlarni chiqaradigan azo bo'yoqlar aniqlanmadi.

Har bir amin komponentining darajasi 30 mg/kg dan yuqori bo'lsa:

Tahlil natijalari shuni ko'rsatadiki, taqdim etilgan charm bir yoki bir nechta aminlarni chiqaradigan azo ranglardan foydalangan holda ishlab chiqarilgan yoki ishlov berilgan.

4-aminodifenil va/yoki 2-naftilamin darajasi 30 mg/kg dan yuqori bo'lsa:

Ushbu analitik usuldan foydalanish 4-aminodifenil va/yoki 2-naftilaminni aniqladi. Hozirgi ma'lumotlarga ko'ra, aminlarni chiqaradigan azo ranglar ishlatilganligini qo'shimcha ma'lumotlarsiz aniq tasdiqlash mumkin emas.

30 mg/kg dan kam aminlarni talqin qilishda ehtiyot bo'lish kerak, chunki bu noto'g'ri ijobiy natijalar tufayli bo'lishi mumkin. Natijalarni sharhlash uchun C ilovaga qarang.

5.4 Xrom (VI) boshlang'ich eritmasi

2,829 g kaliy bixromat ($K_2Cr_2O_7$) (5.8) o'lchov kolbasida suvda eritiladi va suv bilan 1000 ml ga yetkaziladi. Ushbu eritmaning bir mililitrida 1 mg xrom mavjud.

Olti valentli xromning ushbu konsentratsiyasi darajasidagi zaxira eritmasi tijoratda mavjud bo'lgan muqobildir.

A ilova
(ma'lumot uchun)

Xromatografik tahlillar

A.1 Dastlabki izoh

Laboratoriyalarning xromatografik jihozlari (7.7) har xil bo'lishi mumkinligi sababli, xromatografik tahlillar uchun umumiy qo'llaniladigan ko'rsatmalar berilmaydi. Quyidagi parametrlar muvaffaqiyatli sinovdan o'tkazildi va foydalanildi.

A.2 Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi (HPLC)

A.2.1 Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi/diodli massiv detektor (HPLC-DAD)

Eluent 1: metanol;

Eluent 2: 0,575 g ammoniy dihidrogen fosfat + 0,7 g natriy vodorod

1000 ml suvda fosfat, pH 6,9;

Statsionar faza: LiChrospher 60 RP-select B (5 μ m), uzunligi: 250 mm \times ichki diametri: 4,6 mm;

Oqim tezligi: (0,7 dan 1,0) ml/min;

Gradient: boshlang'ich: 15 % eluent 1, 45 min ichida 80 % eluent 1 ga chiziqli oshirish;

Ustun harorati: 40 $^{\circ}$ C;

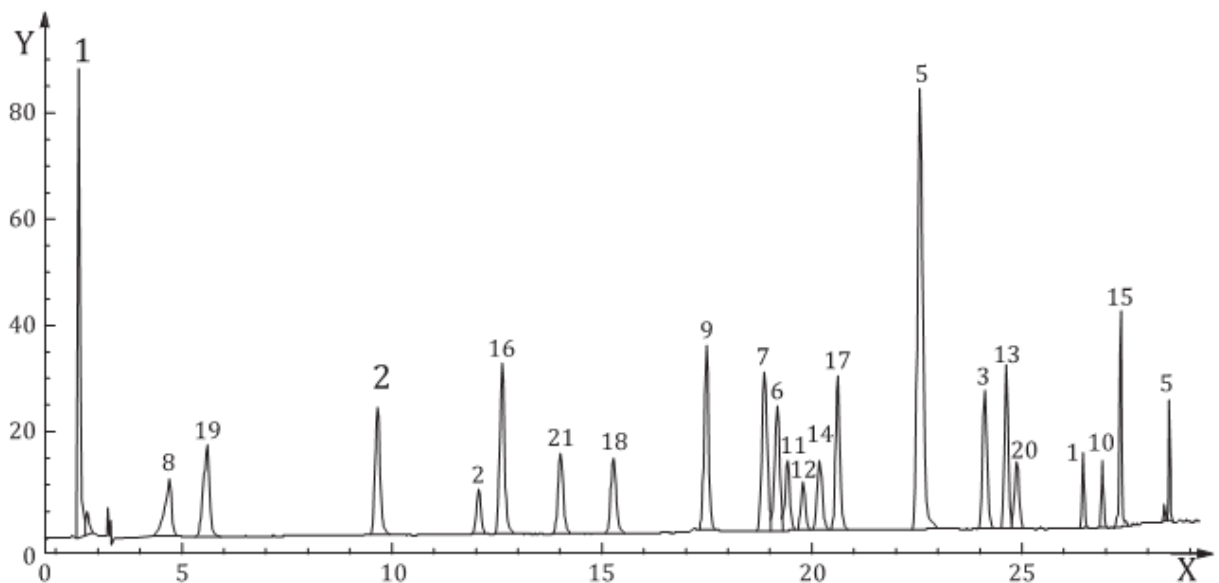
In'ektsiya hajmi: 10,0 μ l;

Aniqlash: DAD, spektrograf;

Miqdori: 240 nm, 280 nm va 305 nm da.

Izoh - LiChrospher 60 RP-select B tijoratda mavjud bo'lgan mos mahsulotga misoldir. Bu ma'lumotlar ushbu hujjat foydalanuvchilariga qulaylik yaratish uchun berilgan va ISO tomonidan tasdiqlanmaydi. Ekvivalent mahsulotlar, agar ular bir xil natijalarga olib kelishi ko'rsatilsa, ishlatilishi mumkin.

A.1-rasmdagi misolga qarang.



Bu yerda

X vaqt minutda

Y 240 nm da mAU da absorbansi

1 1,4-fenilendiamin

2 anilin

Izoh - 1 dan 21 gacha aromatik aminlar uchun 1-jadvalga qarang (aromatik aminlar 23 va 24 ko'rsatilmagan).

A.1 - Rasm - HLPC-DAD-xromatogramma

A.2.2 Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi/massa selektiv detektor (HPLC-MS)

Eluent 1: asetonitril;

Eluent 2: ammoniy asetat 1000 ml suvda, 5 mmol, pH 3,0;

Statsionar faza: C18 (3,5 μ m); uzunligi: 50 mm; ichki diametri: 2,1 mm;

Oqim tezligi: 300 μ l/min;

Gradient: A.1-jadvalga qarang;

Ustun harorati 40 °C;

In'ektsiya hajmi: 2,0 μ l;

Aniqlash: to'rt kutupli va/yoki ion tutqichli massa detektor, skanerlash rejimi va/yoki MS qiz ion MSni aniqlash; DAD: to'liq uzunliklari uchun A.2.1 ga qarang;

Spray gaz: azot (shisha / generator);

Ionizatsiya: API elektrosprey musbat, parchalanuvchi 120 V.

A.1-jadval — Gradient dasturi

Vaqt min	Eluent 1 %	Eluent 2 %
0	10	90
1,5	20	80
7,5	90	10

A.3 Kapilyar gaz xromatografiyasi (GC-MS)

Kapilyar ustun: o'rta qutblanish, masalan. SE 54 yoki DB 5, uzunligi: 50 m, ichki diametri: 0,32 mm, plyonka qalinligi: 0,5 μ m;

Injektor tizimi: bo'linish / bo'linishsiz;

Injektor harorati: 250 °C;

Tashuvchi gaz: geliy;

Harorat dasturi: 70 °C (2 min), 70 °C dan 280 °C gacha (10 °C/min), 280 °C (5 min);

In'ektsiya hajmi: 1,0 μ l, bo'linmasdan 2 min;

Aniqlash: MS, 45 amu dan 300 amu gacha skanerlang.

A.4 Kapillyar elektroforez (CE-DAD)

250 µl namuna eritmasi (10.3) 50 µl HCl ($c = 0,01 \text{ mol/l}$) bilan aralashtiriladi va membranali filtdan ($0,2 \text{ µm}$) o'tkaziladi. Bu eritma kapillyar zona elektroforezi yordamida tahlil qilinadi.

Kapillyar 1: 56 cm, qoplamasiz, ichki diametri 50 µm, kengaytirilgan yorug'lik yo'li bilan;

Kapillyar 2: 56 cm, polivinil spirti (PVA) bilan qoplangan, ichki diametri 50 µm, kengaytirilgan yorug'lik yo'li;

Bufer eritmasi: fosfat bufer eritmasi ($c = 50 \text{ mmol/l}$), pH 2,5;

Ustun harorati: 25 °C;

Kuchlanish: 30 kV;

In'ektsiya vaqti: 4 s;

Yuvish vaqti: 5 s;

Aniqlash: DAD spektrografi 214 nm, 240 nm, 280 nm, 305 nm.

A.5 Yupqa qatlamli xromatografiya (TLC); HPTLC yoki TLC faqat yarim kantitativ tasdiqlash uchun

A.5.1 Umumiy qoidalar

Plitalar (HPTLC): floresans indikatorli silikagel 60 F254, (20×10) cm;

Qo'llaniladigan hajm: 5 µl, avtomatik aplikator bilan chiziq sifatida qo'llaniladi;

Mobil erituvchi 1: xloroform/sirka kislotasi ($90 + 10$) hajmda qism.

Plitalar (TLC): silikagel 60, (20×10) cm, to'yingan kamera;

Qo'llaniladigan hajm: 10,0 µl, avtomatik aplikator bilan nuqta sifatida qo'llaniladi;

Mobil erituvchi 2: xloroform / etil asetat / sirka kislotasi ($60 + 30 + 10$) hajm qismlari;

Mobil erituvchi 3: xloroform/metanol ($95 + 5$) hajmdagi qismlar;

Mobil erituvchilar 2 va 3: plitalarni quritmasdan ketma-ket.

Aniqlash: 1) ultrabinafsha (UV) chiroq;

2) 2 va 3 reagentlar bilan ketma-ket ishlov berishdan so'ng, reaksiya vaqti

taxminan

5 min;

1-reaktiv: KOH tarkibidagi 0,1 % NaNO_2 ($c = 1 \text{ mol/l}$);

2-reaktiv: KOH tarkibidagi 0,2 % α -naftol ($c = 1 \text{ mol/l}$);

2-reaktiv: metanoldagi ammoniy sulfamatning 0,5 % dan 1,0 % gacha.

A.5.2 Derivatizatsiya tartib-taomili

TLC plitasini ishlab chiqqandan so'ng, u havoda yoki qo'lda issiq havo quritgichi (masalan, sochlarini fen mashinasi) bilan 1 min yoki 2 min davomida quritiladi. Keyin plastinka 1-reagentga 30 s dan 1 min gacha botiriladi, keyin esa 3-reagentga 30 s dan 1 min gacha botiriladi. Plastinka avvalgidek quritiladi va keyin 2-reaktivga 1 min ga botiriladi. Keyin plastinka issiq havo quritgich bilan quritiladi. Suvga cho'mish o'rniga, atomizator yordamida reagentlarni purkash ham mumkin.

B ilova

(ma’lumot uchun)

Usulning ishonchliligi

Ko‘rsatilgan ma’lumotlar B.1-jadvalda turli xil chamlar bo‘yicha laboratoriyalararo hamkorlikda o‘tkazilgan sinovda olingan. Ma’lumotlar DAD bilan HPLC yordamida olingan. Namunalar ISO 4044 ga muvofiq maydalangan. Suyuq-suyuqlik ekstraksiyasi uchun EXtrelut® NT201 tipidagi MerckTM ustunlari ishlatilgan.

B.1-jadval - Laboratoriyalararo sinov - Aniq ma’lumotlar

Sharm namuna si	Aniqlangan aminlar	O‘rtacha mg/kg	Takrorlanuvchanlik r mg/kg	Qaytariluvchanlik R mg/kg
A	Benzidin	13,5	5,4	8,4
	3,3'-Dimetoksibenzidin	15,4	4,4	6,4
	3,3'-dimetilbenzidin	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'-dimetilbenzidin	25,6	8,0	17,0
	2-toluidin	50,1	20,2	42,1
D	Benzidin	16,5	3,0	7,1

C ilova

(ma’lumot uchun)

Baholash bo‘yicha qo‘llanma. Analitik natijalarni sharhlash²⁾

C.1 Umumiy qoidalar

C.1.1 Umumiy qoidalar

Ushbu ilova qo‘shimcha texnik ko‘rsatmalar beradi, lekin ushbu standartda tasvirlangan tartib-taomil bo‘yicha olingan natijalarga shubha qilmaydi.

Aminlarning juda oz miqdorda paydo bo‘lishi noto‘g‘ri ijobiy natijalarga olib kelishi mumkinligi sababli, REACH 1907/2006 / XVII ilovasi 30 mg / kg namunaviy materialning chegara qiymatini belgilaydi. Bu qiymat faqat bitta sinov namunasi uchun amal qiladi.

Agar aniqlangan amin miqdori 30 mg/kg dan ortiq bo‘lsa, aminlarni chiqaradigan azo bo‘yoq ishlatilgan deb hisoblash kerak (1-jadvalga qarang). 30 mg/kg dan past bo‘lganida, aminlarni chiqaradigan ba’zi azo bo‘yoqlardan foydalanish to‘g‘risida (1-jadvalga qarang) qo‘shimcha ma’lumotsiz, masalan, ishlatilgan bo‘yoqlarning turi va/yoki tozaligi yoki ishlatiladigan boshqa xom ashyo.

Massasi kamaytirilgan namunani kichik komponent sifatida belgilang va materialning bir xilligi pastligi sababli katta noaniqlik haqida maslahat bering.

Ayrim maqsadli aminlar uchun izomerlar mavjudligi sababli (C.1-jadvalga qarang) laboratoriya aniqlangan tahlil qiluvchi moddalarning xromatografik va spektral xarakteristikalari standart amin moddalariga ekvivalent bo‘lishini ta’minlashi kerak.

C.1.2 4-aminoazobenzolni aniqlash

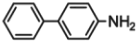
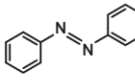
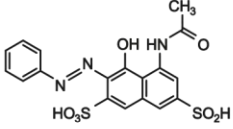
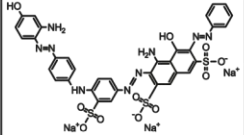
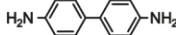
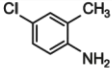
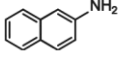
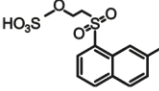
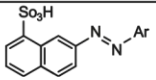
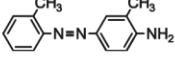
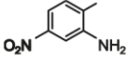

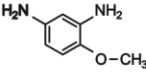
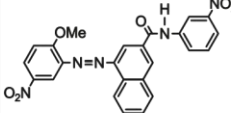
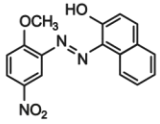
4-aminoazobenzol hosil qila oladigan azo bo‘yoqlar bu usulda anilin va 1,4-fenilendiamin hosil qiladi. Aniqlanish chegaralari va 1,4-fenilendiaminning tiklanishi tufayli faqat anilinni aniqlash mumkin. Agar uch qismdan iborat birlashtirilgan sinov namunasi anilin 5 mg/kg dan yuqori aniqlansa, u holda 4-aminoazobenzolni ajratuvchi rang beruvchi moddalar mavjudligi ISO 17234-2 ga muvofiq tekshirilishi kerak.

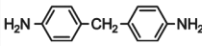
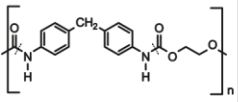
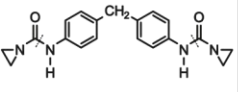
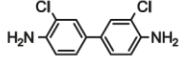
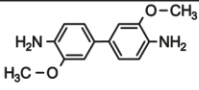
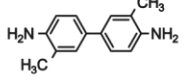
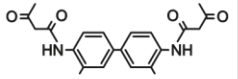
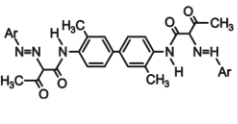
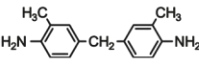
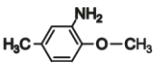
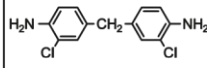
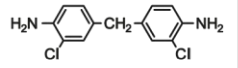
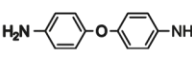
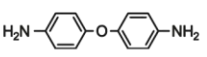
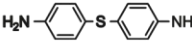
C.1.3 Noto‘g‘ri ijobiy natijalar


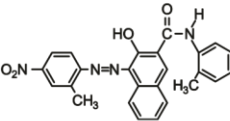
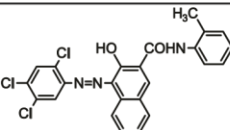
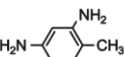
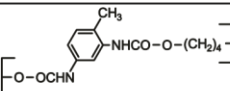
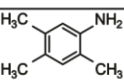
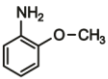
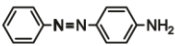

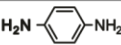
C.1-jadvalda noto‘g‘ri-musbat natijalarni (shu jumladan izomerlarning aralashuvi) hosil qilishi mumkin bo‘lgan moddalar ko‘rsatilgan.

²⁾ ISO 14362-1:2017 dan, C ilova.

C.1-jadval - Noto'g'ri ijobiy natijalarning mumkin bo'lgan sabablari ro'yxati

Yo'q.	CAS raqami.	Aromatik aminlar ro'yxati		Yolg'on-musbat sabablar va moddalar test natijalari		Izohlar
		Kimyoviy nomi	Kimyoviy tuzilishi	Kimyoviy nomi/ izomerlar soni	Kimyoviy tuzilishi	
1	92-67-1	bifenil-4-ilamin 4-aminobifenil <i>p</i> -ksenilamin		Solvent sariq 7 (SY7) = 4-fenilazo-fenol = 4-gidroksi-zobenzol		Faqat aminobifenil topilmalar g'ayrioddiy.
				Kislota qizil1 (AR1)		Bunday topilmalar bo'lishi mumkin dan kelib chiqadi hosil qiluvchi bo'yoqlar 4-aminobifenil protsedura davomida molekulyar orqa tomondan - diapazon.
				To'g'ridan-to'g'ri qora 168		ning uchta bo'yoq moddasi bu turlar sanab o'tilgan.
2	92-87-5	benzidin				Boshqa harakat yo'q kerak.
3	95-69-2	4-xlor- <i>o</i> -toluidin		Hammasi bo'lib 10 izomer		Izomerlarni ajratish haqida g'amxo'rlik qiling.
4	91-59-8	2-naftilamin		Reaktiv qizil 174		Desulfonatsiya qilish imkoniyati ble - past tijorat ahamiyati.
				Tobias kislotasiga asoslangan bo'yoqlar		G'amho'rlik qilmoq ning aralashmalari 2-naftilamin.
				Hammasi bo'lib ikkita izomer		Izomerlarni ajratish haqida g'amxo'rlik qiling.
5	97-56-3	<i>o</i> -aminoazotoluol 4-amino-2',3-di- metilazobenzol 4- <i>o</i> -tolyla- zo- <i>o</i> -toluidin				sifatida aniqlandi <i>o</i> -toluidin yo'q ga qarang. 18.
6	99-55-8	5-nitro- <i>o</i> -toluidin 2-amino-4-nitrotoluol				sifatida aniqlandi 2,4-toluilendiamin yo'q ga qarang. 19.
7	106-47-8	4-xloroanilin		Hammasi bo'lib uchta izomer		Izomerlarni ajratish haqida g'amxo'rlik qiling.
8	615-05-4	4-metoksi- <i>m</i> -phenilendiamin 2,4-diaminoanizol		Pigment qizil 23		Ikki kamaytirish bosqichi: 1) 2-metoksi-5-nitroanilinga qadam, 2) 4-metoksiga qadam <i>m</i> -fenilen-di-amin.
				Pigment apelsin 3		Ikki bo'yoq bilan 2-metoksi-5-nitroanilin azo chegaralanganlar sanab o'tilgan yonida (qarang C.2.1.1 va C.2.1.2.3).
				Hammasi bo'lib oltita izomer		Izomerlarni ajratish haqida g'amxo'rlik qiling

Yo'q.	CAS raqami.	Aromatik aminlar ro'yxati		Yolg'on-musbat sabablar va moddalar test natijalari		Izohlar
		Kimyoviy nomi	Kimyoviy tuzilishi	Kimyoviy nomi/ izomerlar soni	Kimyoviy tuzilishi	
9	101-77-9	4,4'-metilen-dianilin 4,4'-diaminodi-fenil-metan		Poliuretan polimerlari 4,4'-metilen-di-fenil-diizotsi-anate (MDI)		Ko'piklar va bosma mahkamlash, prepolimerlar, yuqori harorat bo'linishi LC texnikasi bilan GC natijasini tasdiqlang.
				N, N'-(metilen-di- <i>p</i> -feni-len) bis (aziridin-1-karboks-amid)		O'zaro bog'lanish chop etish uchun yordamchi ilovalar.
10	91-94-1	3,3'-diklor-benzidin 3,3'-diklor-bifenil-4,4'-ilen-diamin				Boshqa harakat yo'q kerak Ma'lumot uchun - Pigment birikmalari Qora 7 Pigment Orange 13 yoki Pigment Orange 34 tegishli aminni chiqarishi ma'lum.
11	119-90-4	3,3'-dimetoksi-benzidin <i>o</i> -dianisidin				Boshqa harakat yo'q kerak.
12	119-93-7	3,3'-dimetil-benzidin 4,4'-bi- <i>o</i> -toluidin		CI azoik birikmasi Komponent 5		Yuqori harorat amidlarning parchalanishi, LC texnikasi bilan GC natijasini tasdiqlang.
				CI azoik birikmasi asosidagi bo'yoqlar ponent 5		asosidagi bo'yoqlar CI azoik birikmasi Komponent 5, yuqori harorat amidlarning parchalanishi, LC texnikasi bilan GC natijasini tasdiqlang.
13	838-88-0	4,4'-metil-ene-di- <i>o</i> -toluidin				Boshqa harakat yo'q kerak (esda tutingki, sim-ilar MS-spektrlari lekin turli xil saqlash vaqt mumkin).
14	120-71-8	6-metoksi- <i>m</i> -toluidin <i>p</i> -kresidin		Hammasi bo'lib 10 izomer		Izomerlarni ajratish haqida g'amxo'rlik qiling.
15	101-14-4	4,4'-metil-ene-bis-(2-xloro-aniline) 2,2'-di-xloro-4,4'-metil-en-dianilin		4,4'-metil-ene-bis-(2-xloro-aniline) 2,2'-di-xloro-4,4'-metil-en-dianilin		Ominning o'zi TDI-poliuretanlar uchun davolovchi vositadir, poliuretan-qatronlar va epoksi-qatronlar.
16	101-80-4	4,4'-oksidianilin		4,4'-oksidianilin		Ominning o'zi epoksi-qatronlar uchun qattiqlashtiruvchi vositadir va termosetleme qatronlar, yopishqoq yordamida polimerdan oldingi kompozitsion o'zgartiradigan holatlar qaytarib bo'lmaydigan tarzda kiradi infuzion polimer tarmoqni davolash orqali issiqlik yoki radiatsiya ta'sirida yuzaga keladi.
17	139-65-1	4,4'-tiodanilin				Boshqa harakat yo'q kerak.

Yo'q.	CAS raqami.	Aromatik aminlar ro'yxati		Yolg'on-musbat sabablar va moddalar test natijalari		Izohlar
		Kimyoviy nomi	Kimyoviy tuzilishi	Kimyoviy nomi/ izomerlar soni	Kimyoviy tuzilishi	
18	95-53-4	<i>o</i> -toluidin 2-aminotoluol		Pigment qizil 12		Yuqori harorat amidlarning parchalanishi GC injektorida qo'shimcha ravishda ushbu turdagi ikkita bo'yoq moddalari keltirilgan. GC natijasini LC texnikasi bilan tasdiqlang.
				Pigment qizil 112		
				Hammasi bo'lib uchta izomer		Izomerlarni ajratish haqida g'amxo'rlik qiling. Qiyin GC-ajratish tion, boshqa qutblanish yoki past harorat stavka yoki ajratish LC texnikasi bilan.
19	95-80-7	4-metil- <i>m</i> -fenilendiamin 2,4-toluilendiamin 2,4-diaminotoluol		Poliuretan polimerlari 2,4-toluilendiizosi- ante (TDI)		Ko'piklar va bosma fiksaj, pre-polimerlar.
				Hammasi bo'lib oltita izomer		Izomerlarni ajratish haqida g'amxo'rlik qiling.
20	137-17-7	2,4,5-trimetilanilin		Hammasi bo'lib oltita izomer		Izomerlarni ajratish haqida g'amxo'rlik qiling.
21	90-04-0	<i>o</i> -anisidin 2-metoksianilin				Yuqori harorat GC injektorida bo'linish mumkin. GC natijasini LC texnikasi bilan tasdiqlang.
				Hammasi bo'lib uchta izomer		Izomerlarni ajratish haqida g'amxo'rlik qiling.
22	60-09-3	4-aminoazobenzol				4-aminoazobenzol azo-bo'yoq moddasi hisoblanadi o'zi "Solvent" deb nomlanadi Sariq 1." Davom eting ISO 17234-2.
Boshqa tegishli aminlar						
	62-53-3	anilin				Davom eting ISO 17234-2.
	106-50-3	1,4-fenilen-diamin		Hammasi bo'lib uchta izomer		Izomerlarni ajratish haqida g'amxo'rlik qiling.

Shu nuqtai nazardan, tahliliy natijalarni quyidagicha taqdim etish tavsiya etiladi:

C.1.4 Amin komponentlari darajasi ≤ 30 mg/kg uchun

Tahlil natijalariga ko'ra, taqdim etilgan mahsulotda azo guruhi/guruhlarining bo'linishi orqali bir yoki bir nechta maxsus sanab o'tilgan aminlarni (1-jadvalga qarang) chiqarishi mumkin bo'lgan azo bo'yoqlari aniqlanmadi.

C.1.5 Amin darajasi > 30 mg/kg uchun

1) > 30 mg/kg darajasida amin komponent/s ko'rsatkichi.

2) Tahliliy natija shuni ko'rsatadiki, taqdim etilgan tovar azo bo'yoqlar yordamida ishlab chiqarilgan yoki ishlov berilgan bo'lib, ular azo guruhi/lar bo'linishi orqali bir yoki bir nechta sanab o'tilgan aminlarni (1-jadvalga qarang) chiqarishi mumkin.

3) Noto'g'ri ijobiy natijalar mumkin va C.1-jadvalda mumkin bo'lgan sabablar ro'yxati keltirilgan. Noto'g'ri ijobiy natijalarga shubha tug'lsa, tartib-taomillar va tushuntirishlar bo'yicha ko'rsatmalar C.2 da tasvirlangan.

C.2 Agar noto'g'ri ijobiy natijalar bo'lsa, tartib-taomil va tushuntirishlar bo'yicha ko'rsatma

C.2.1 Xromatografik muammolarning noto'g'ri ijobiy natijalari

C.2.1.1 Izomerlardan noto'g'ri-musbat natijalar

24 ta amin va ko'plab mumkin bo'lgan izomerlarni tahlil qilish juda qiyin vazifadir (C.1-jadval). Ko'pgina aminlar izomerlarga ega bo'lib, agar ajratish texnikasi optimallashtirilmasa, noto'g'ri ijobiy natijalar berishi mumkin. Maqsadli aminning izomerlari bo'yicha ajratilishini yodda tuting. Bir nechta aromatik halqa tizimiga ega aminlar ham izomerlarga ega bo'lishi mumkin, ammo bu kamroq tarqalgan va ajratish odatda osonroq. Laboratoriyalar to'g'ri natijani ta'minlashi shart.

C.2.1.2 Azo bo'yoqlardan boshqa manbalardan noto'g'ri ijobiy natijalar

C.2.1.2.1 GC-injektoridagi yuqori haroratning noto'g'ri ijobiy natijalari

12, 18 va 21 aminlar bo'yoq moddalarining amid bog'lanishining yuqori haroratda parchalanishi va poliuretandan oldingi polimerlarning yuqori haroratda yorilishi tufayli aminlar 9 va 19 tufayli ba'zan GCda noto'g'ri ijobiy natijalar beradi. GC bo'lmagan texnika bilan natijalarni miqdoriy tasdiqlash zarur.

C.2.1.2.2 Kimyoviy tartib-taomil natijasida noto'g'ri ijobiy natijalar

9, 15, 16 va 19 aminlar ba'zan poliuretan, o'zaro bog'lovchilar va boshqa moddalar kabi boshqa manbalardan noto'g'ri ijobiy natijalar beradi.

Azo bilan bog'langan yoki bog'lanmagan o'rtasidagi farqni aniqlashning oddiy usuli - bu natriy ditionit eritmasi o'rniga suv bilan yana takrorlash. Agar natija reduktiv parchalanish natijasida erishilgan natija bilan taqqoslanadigan bo'lsa, amin azo bo'yoqlardan boshqa manbadan olingan.

Agar kerak bo'lsa, quyidagi tushuntirishlar misol sifatida keltirilishi mumkin:

'(Amin nomi) ISO 17234-1:2020 da tavsiflangan tartib-taomilga muvofiq (natija mg/kg) darajasida aniqlandi. Biroq, tartib-taomil kamaytiruvchi vositasiz amalga oshirilganda, xuddi shunday natijaga erishildi. Shuning uchun amin azo bo'yoqlardan boshqa manbadan kelib chiqadi.

Aminlarni chiqaradigan taqiqlangan azo bo'yoqlardan foydalanilmagan (1-jadval).

C.2.1.2.3 Bo'yoqlardan noto'g'ri ijobiy natijalar

1, 4 va 8 aminlar tartib-taomil davomida bilvosita hosil bo'lishi mumkin (ditionit bilan parchalanishni qisqartirish) azo-bog'langan ushbu aminlarni o'z ichiga olmagan ba'zi bo'yoqlardan. Ushbu bo'yoqlar va aminlarni chiqaradigan taqiqlangan azo bo'yoqlar o'rtasida aniq farqni ajratib bo'lmaydi (1-jadval).

Sinov namunasida taqiqlangan azo bo'yoqlarning yo'qligi tegishli natijalarni noto'g'ri-ijobiy natijalar sifatida tasniflash uchun bo'yoq tuzilishi haqidagi ma'lumotlarga asoslanib, dalillar bilan (masalan, bo'yoq yoki bo'yoq ishlab chiqaruvchisidan kuzatuv yozuvlari) isbotlanishi kerak.

Agar kerak bo'lsa, quyidagi tushuntirishlar misol sifatida keltirilishi mumkin:

"Aniqlangan aminning boshqa manbalari (amin nomi) kelib chiqishini laboratoriyada analitik isbotlab bo'lmaydigan hisobot natijalariga hissa qo'shishi mumkin."

4-aminobifenil, 2-naftilamin, 4-metoksi-m-fenilendiamin: aminlarni chiqaradigan taqiqlangan azo-bo'yoq moddalarining yo'qligini (1-jadval) qo'shimcha ma'lumotlarsiz ishonchli aniqlash mumkin emas, masalan, ishlatiladigan bo'yoqlarning kimyoviy tuzilishi.

Izoh - 4-aminobifenil, 2-naftilamin: sinov namunasi tarkibida aminlar bo'lgan, ammo azo-bog'lanmagan bo'yoqlar bilan bo'yalgan bo'lishi mumkin edi.

4-metoksi-m-fenilendiamin: sinov namunasi azo bo'yoq bilan bo'yalgan bo'lishi mumkin edi, uning tarkibida oldindan hosil bo'lgan 4-metoksi-m-fenilendiamin emas, balki 2-amino-4-nitroanizol mavjud. Analitik jarayon davomida azo bo'yoq moddasi 2-amino-4-nitroanizolni chiqarishga olib keladi, bu esa o'z navbatida 4-metoksi-m-fenilendiamin hosil qiladi.

D ilova

(ma'lumot uchun)

Diatomli tuproqsiz suyuqlik/suyuqlik ekstraksiyasi

D.1 Dastlabki eslatma

Ushbu tartib-taomil 1-jadvalda keltirilgan aminlar uchun diatomli tuproq ustunisiz suyuqlik/suyuqlik ekstraksiyasidan foydalangan holda skrining usulini tavsiflaydi (7.3). 5 mg/kg dan ortiq va 100 mg/kg dan kam miqdorda sanab o'tilgan aminlarning har qanday aniqlanishi diatomli tuproq ustunlari bilan suyuqlik/suyuqlik ekstraksiyasidan foydalangan holda ushbu hujjatda tavsiflangan usul bilan qayta tahlil qilinishi kerak. Jarayonning tavsifi to'liq, shu jumladan ushbu hujjatda tasvirlangan namuna tayyorlash uchun qismlar o'zaro murojaatlarni qidirishdan qoching.

Bu yerda tasvirlanganga o'xshash shunga o'xshash skrining usuli, agar u ushbu ilovada tasvirlangan usul bilan taqqoslanadigan natijalarni beradigan bo'lsa, ishlatilishi mumkin.

Sinov namunasini tayyorlash bo'yicha ko'rsatmalarni qo'llash uchun 9-bandga qarang.

D.2 Qo'shimcha reaktivlar ishlatiladi

D.2.1 Natriy xlorid.

D.2.2 Kundalik foydalanish uchun aminlarning kalibrlash eritmasi

Zaxira eritmasidan (8.9.1 yoki 8.9.2) har bir aminning $r = 6,0 \mu\text{g}$ konsentratsiyasigacha suyultiriladi. GC-MS tahlili uchun ichki standart eritma bilan suyultiriladi (D.2.3.1).

D.2.3 Miqdor konsentratsiyasi uchun aminlarni kalibrlash eritmaları tegishli erituvchining millilitriga har bir aminning $0,8 \mu\text{g}$ dan $20 \mu\text{g}$ gacha oralig'ida.

GC-MS tahlili uchun ichki standart eritma bilan suyultiriladi (D.2.3.1).

Izoh - Har bir laboratoriya kalibrlash uchun mos konsentratsiyalarni tanlash uchun javobgardir.

D.2.3.1 Eritmadagi ichki standart (IS), $r = 10 \mu\text{g}$ IS/ml t-butimetil efir (8.5).

GC-MS tahlilida quyidagi ichki standartlardan biri qo'llanilishi mumkin:

— IS1: naftalin-d8, CAS raqami: 1146-65-2;

— IS2: 2,4,5-trikloroanilin (TCA), CAS raqami: 636-30-6;

- IS3: antratsen-d10, CAS raqami: 1719-06-8.

D.2.3.2 Keyinchalik olinadigan aminlar uchun ichki standart: benzidin-d8, CAS №: 92890-63-6.

$r = 5 \mu\text{g}$ benzidin-d8/ml D.2.3.1 eritmasida.

Benzidin-d8 (CAS 92890-63-6) GC xromatogrammasining keyingi qismidagi shovqinlar uchun mos ko'rsatkichdir.

Izoh - Agar benzidinni tasdiqlash tahlili DAD yoki TLC yordamida amalga oshirilsa, benzidin-d8, CAS №: 92890-63-6 dan foydalanish mumkin emas, chunki cho'qqini deuteratsiyalanmagan benzidindan ajratib bo'lmaydi.

D.3 Ishlatilgan qo'shimcha apparatlar

D.3.1 5 s–1 chastotali va yo'l uzunligi 2 sm dan 5 sm gacha bo'lgan gorizontal silkituvchi.

D.3.2 Santrifuga, 3 000 r/min dan ortiq.

D.4 Tartib-taomil

D.4.1 Namuna tayyorlash

Umumiy massasi 1 g olish uchun sinov namunasini (9-band) tayyorlang.

D.4.2 Yog'sizlantirish

1,0 g bo'laklarga bo'lingan charm yoki maydalangan charm namunasini yopiq 50 ml idishda (7,1) 40 ml n-geksan (8,1) bilan ultratovushli vannada (7,6) (40 ± 2) °C haroratda ishlang. 40 min.

Charm namunasidan n-geksan qatlamini tushiring. Dekanatsiya paytida charm zarralarini yo'qotishning oldini olish kerak. Qoldiq n-geksanni hech bo'lmaganda bir kechada ochiq idishda bug'lang.

D.4.3 Reduktiv bo'linish

Namunaga (70 ± 2) °C ga oldindan qizdirilgan 15 ml bufer eritmasi (8,9) miqdorini qo'shing.

Reaksiya idishi mahkam yopiladi va (70 ± 2) °C da (30 ± 1) min davomida ishlov beriladi.

Keyinchalik, reaksiya idishiga azo guruhlarini reduktiv bo'linish uchun 3 ml suvli natriy ditionit eritmasi (8.3) qo'shiladi, keyin u qattiq chayqatiladi va darhol yana (70 ± 2) °C da yana (30 ± 1) min saqlanadi, keyin xona haroratiga (20 °C dan 25 °C gacha) qadar sovutiladi.

D.4.4 Aminlarning ajralishi va konsentratsiyasi

Reaksiya eritmasiga 7 g natriy xlorid (D.2.1), 1,5 ml suvli natriy gidroksidi (8.4), IS (8.9.4) va 5 ml metil tert-butil efir (8.5) qo'shiladi va $(15 \text{ min} \pm 1)$ min gorizontaal silkitgich yordamida (D.3.1) chayqatiladi. Fazalarni to'liq ajratishni ta'minlash uchun aralashmani chayqatgandan keyin setrifuga qilish tavsiya etiladi (D.3.2).

Iloji bo'lsa, konsentratsiya bosqichisiz aminlarni aniqlash uchun yuqori fazadan foydalaning.

Aminni aniqlash va miqdorini aniqlash uchun (D.4.6 ga qarang) t-butil metil efir ekstrakti 50 °C dan yuqori bo'lmagan haroratda taxminan 1 ml ga (quruqlikgacha) konsentratsiyalanishi mumkin. Agar boshqa erituvchiga o'tish zarur bo'lsa, inert gazning zaif oqimi orqali erituvchining qolgan qismini juda ehtiyotkorlik bilan olib tashlang.

1 - Izoh. Erituvchini olib tashlash (aylanuvchi vakuumli evaporatorda konsentratsiya, quruqlikka qadar bug'lanish) nazoratsiz sharoitlarda amalga oshirilsa, aminlarning katta yo'qotishlariga olib kelishi mumkin.

Ekstrakt yoki qoldiq darhol tegishli erituvchiga, masalan, asetonitril (8.7) yoki t-butilmetil efir (8.5) ga olinadi va kechiktirmasdan tahlil qilinadi. To'liq tahlilni 24 h ichida amalga oshirish imkoni bo'lmasa, namunani -18 °C dan past haroratda saqlash kerak.

2 – Izoh. Matritsa tufayli 2,4-diaminotoluol va 2,4-diaminoanizol kabi individual aminlar, ayniqsa, metanolda juda yomon barqarorlikni namoyon etishi mumkin. Ish tartibida kechikishlar sodir bo'lganda, aminlarni instrumental o'lchash vaqtida aniqlab bo'lmaydi.

D.4.5 Aminni aniqlash va miqdorini aniqlash

Aminni aniqlash sanab o'tilgan (7.7) xromatografik usullar yordamida amalga oshirilishi mumkin. Boshqa tasdiqlangan usullaridan foydalanish mumkin. Agar 1-jadvalda keltirilgan aril aminlardan birortasi 5 mg/kg dan 100 mg/kg gacha bo'lgan konsentratsiyalarda aniqlansa, namunani 10-bandda tavsiflangan usul yordamida qayta tahlil qilish kerak, keyin kamida uch nuqtali kalibrlash egri chizig'i bo'ladi. amin tarkibini aniqlash uchun tuzilgan. Miqdor aniqlash HPLC yoki GC-MS yordamida amalga oshiriladi. Agar GC-MS tahlilida indikator moddasining tiklanishi benzin-d8 (D.2.3.2) kutilgan qiymatning 30 % dan past (matritsa ta'siri yoki noma'lum sabablarga ko'ra), aminlar aniqlanmagan bo'lishi mumkin. Bunday holda, HPLC tahlili keyingi elutsiyalangan aminlar uchun o'tkaziladi: 2, 9, 10, 11, 12, 13, 15, 16 va 17 (1-jadvalga qarang).

D.4.6 Tekshirish tartib-taomili

Jarayonni tekshirish uchun aminlarsiz 1 g charmni yog'dan tozalang. Keyin, 10.2 va 10.3-bandlarda tasvirlangan tartib-taomilni bajaring. TCA (8.9.4) qo'shganda, oxirgi konsentratsiya sifatida x mg/l olish uchun ma'lum miqdorda aminlar qo'shing. Aminni olish darajasi quyidagi minimal talablarga javob berishi kerak:

1-4, 7, 9-17 va 20-21 aminlar:	70 %
amin yo'q. 8:	20 %
aminlar № 18, 19, 23 va 24:	50 %
5, 6 va 22 aminlar:	1-jadvalning izohlariga qarang
anilin:	70 %

Bibliografiya

[1] ISO 14362-1:2017 To‘qimachilik. Azo rang beruvchilardan olingan ba’zi aromatik aminlarni aniqlash usullari. 1-qism: Tolalar bilan va ekstraksiyasiz foydalanish mumkin bo‘lgan ba’zi azo bo‘yoqlardan foydalanishni aniqlash (Textiles — Methods for determination of certain aromatic amines derived from azo colorants — Part 1: Detection of the use of certain azo colorants accessible with and without extracting the fibres)

[2] Kimyoviy moddalarni ro‘yxatga olish, baholash, ruxsat berish va cheklash (REACH), XVII-ilova, Yevropa Parlamenti va Kengashining 2006-yil 18-dekabrdagi 1907/2006-sonli Nizomi (EC)da, Yevropa Ittifoqining rasmiy jurnali, L136 , 29.5.2007. <https://eur-lex.europa.eu/> saytida mavjud (Registration, Evaluation, Authorisation and Restriction of Chemicals (REACH), Annex XVII, in 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 <https://eur-lex.europa.eu/>)

[3] GB 20400-2006 Charm va mo‘yna. Zararli moddalar chegarasi (Leather and fur — Limit of harmful matter)

Bibliografik ma’lumotlar

SUT 59.140.30