

Anhang D: Diagramme und Messdaten zu Ziffer 4.5, Korrelation zwischen Substratmenge und Amin-Freisetzung

Tab. D-1 Freisetzung von 2,4-Xylidin aus Acid Orange 24 in Abhängigkeit von der Substratmenge, 1 bis 5 mg, KW 14/03

Eingesetztes Acid Orange 24 [mg]	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0
Nachgewiesenes 2,4-Xylidin [μg]	13,0	27,3	35,1	46,2	73,3

Tab. D-2 Freisetzung von 2,4-Xylidin aus Acid Orange 24 in Abhängigkeit von der Substratmenge, 2 bis 10 mg, KW 19/03

Eingesetztes Acid Orange 24 [mg]	2,0	4,0	6,0	8,0	10,0
Nachgewiesenes 2,4-Xylidin [μg]	19,6	37,6	49,9	53,6	83,3

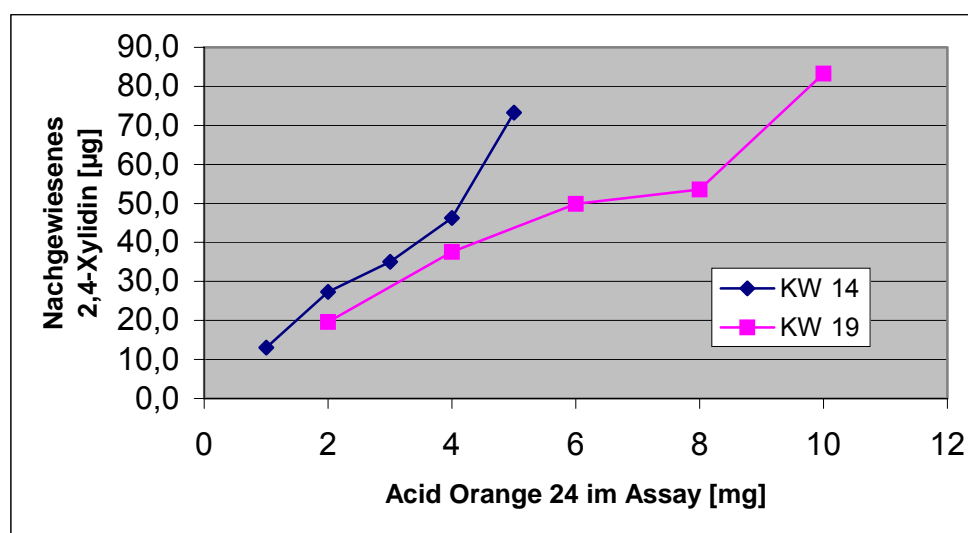


Abb. D-1 Freisetzung von 2,4-Xylidin aus Acid Orange 24 in Abhängigkeit von der Substratmenge

Mit der Erhöhung der Menge von Acid Orange 24 steigt die Freisetzung des 2,4-Xylidins deutlich an. Eine eindeutig lineare Korrelation ist zunächst nicht erkennbar. Betrachtet man jedoch bei den in der KW 19 gewonnenen Daten das Ergebnis des 8-Milligramm-Assays als Ausreißer, so besteht für die verbleibenden Werte eine nahezu perfekte lineare Korrelation (Bestimmtheitsmaß 0,9971):

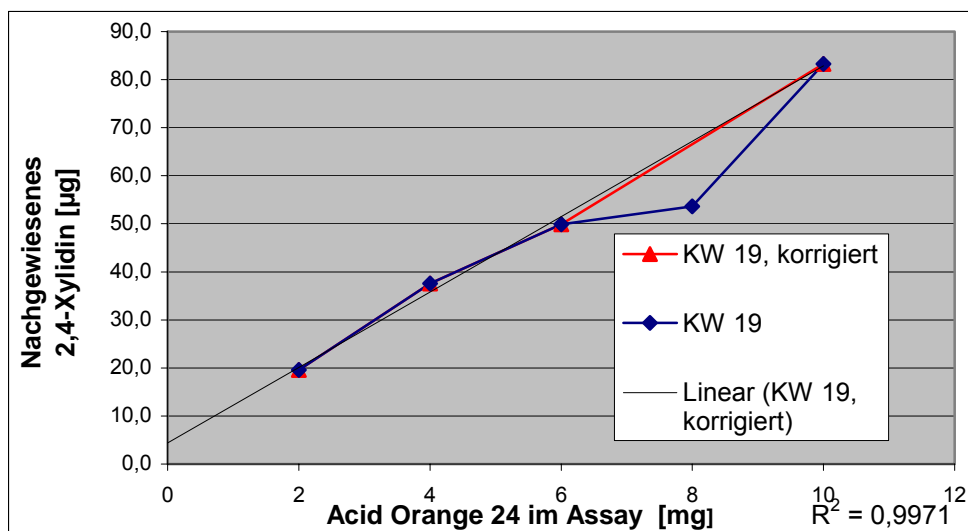


Abb. D-2 Freisetzung von 2,4-Xylidin aus Acid Orange 24 in Abhängigkeit von der Substratmenge, lineare Regression der in KW 19 gewonnenen Daten

In einem weiteren Arbeitsgang wurden daher deutlich höhere Mengen an Acid Orange 24 eingesetzt. Hier lässt sich ein Abflachen der Kurve als Zeichen der Annäherung an die Substratsättigung nunmehr deutlich erkennen.

Tab. D-3 Freisetzung von 2,4-Xylidin aus Acid Orange 24 in Abhängigkeit von der Substratmenge, 1 bis 5 mg, KW 25/03

Eingesetztes Acid Orange 24 [mg]	4,0	8,0	12,0	16,0	20,0
Nachgewiesenes 2,4-Xylidin [µg]	66,7	139,5	194,5	244,8	269,1

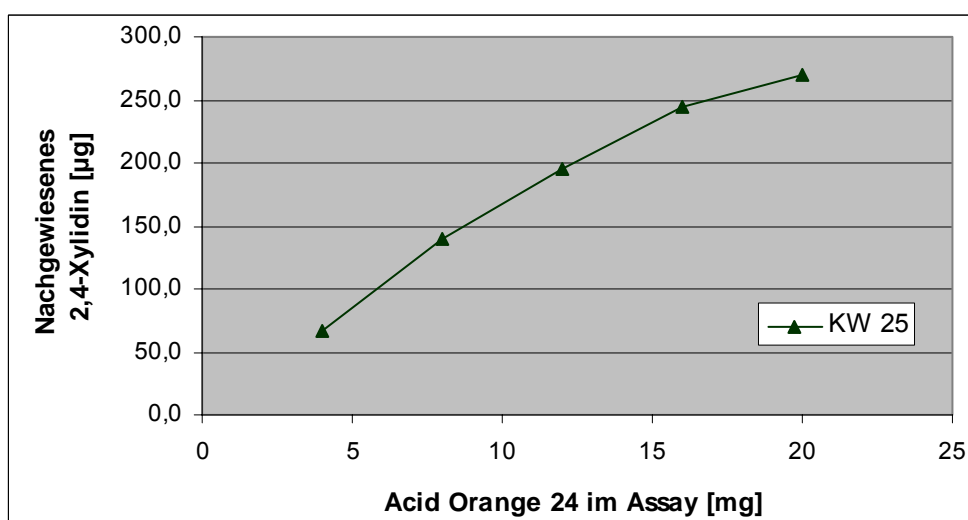


Abb. D-3 Freisetzung von 2,4-Xylidin aus Acid Orange 24 in Abhängigkeit von der Substratmenge, 4 - 20 mg, KW 25/03

Tab. D-4 Freisetzung von o-Dianisidin aus Direkt Blau 1 in Abhängigkeit von der Substratmenge, Bereich 1 bis 5 mg, KW 14/03

Eingesetztes Direkt Blau 1 [mg]	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0
Nachgewiesenes o-Dianisidin [μg]	165,4	346,3	523,6	677,2	690,8

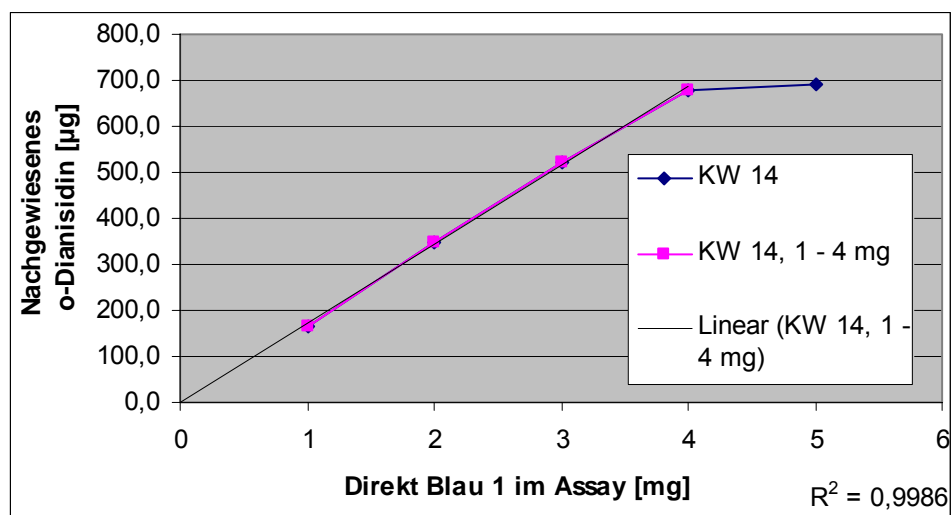


Abb. D-4 Freisetzung von o-Dianisidin aus Direkt Blau 1 in Abhängigkeit von der Substratmenge, Bereich 1 bis 5 mg, KW 14/03

Bei der ersten Versuchsreihe zur Variation der eingesetzten Menge von Direkt Blau 1 wurde im Bereich von 1 bis 4 Milligramm Farbstoff eine lineare Korrelation zwischen der Farbstoffmenge und der Menge des freigesetzten Amins beobachtet.

Die Menge des aus dem 5-Milligramm-Assay freigesetzten o-Dianisidin weicht deutlich von dieser Korrelation ab und markiert evt. die Annäherung an die Substratsättigung. Da jedoch nur um ein einzelner Datenpunkt von der zuvor beobachteten Korrelation abweicht, kann nicht mit Sicherheit ausgeschlossen werden, dass es sich um einen Ausreißer handelt.

In einer weiteren Versuchsreihe wurden daher die eingesetzten Mengen von Direkt Blau 1 verdoppelt:

Tab. D-5 Freisetzung von o-Dianisidin aus Direkt Blau 1 in Abhängigkeit von der Substratmenge, Bereich 2 bis 10 mg, KW 18/03

Eingesetztes Direkt Blau 1 [mg]	2,0	4,0	6,0	8,0	10,0
Nachgewiesenes o-Dianisidin [μg]	321,6	653,2	990,0	1228,9	1238,5

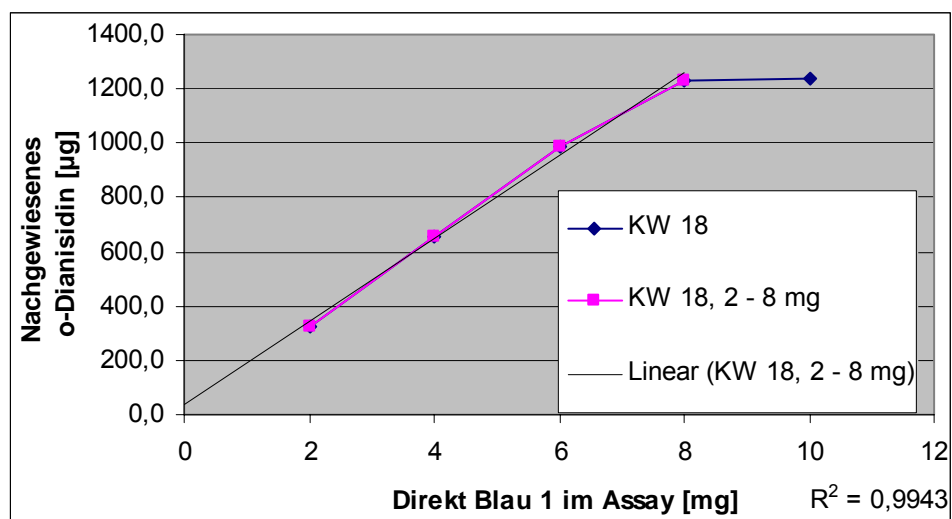


Abb. D-5 Freisetzung von o-Dianisidin aus Direkt Blau 1 in Abhängigkeit von der Substratmenge, Bereich 2 bis 10 mg

Im Bereich von 2 bis 8 Milligramm eingesetztem Direkt Blau 1 besteht eine lineare Korrelation zwischen der Farbstoffmenge und der Menge an freigesetztem o-Dianisidin. Wiederum weicht der höchste Wert, hier der Ansatz mit 10 mg Farbstoff von der Korrelation ab und es bleibt unklar, ob es sich dabei um einen Ausreißer handelt oder etwa die Substratsättigung erreicht wurde. Bei einer weiteren Erhöhung der Substratmenge auf bis zu 20 mg kam zu einer überraschenden Beobachtung, die bereits im Hauptteil unter Ziffer 4.5.3 und 4.5.4 behandelt wurde.

Tab. D-6 Freisetzung von o-Tolidin aus Direkt Blau 14 in Abhängigkeit von der Substratmenge, 1 bis 5 mg, KW 15/03

Eingesetztes Direkt Blau 14 [mg]	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0
Nachgewiesenes o-Tolidin [µg]	25,7	46,3	68,6	84,8	75,5

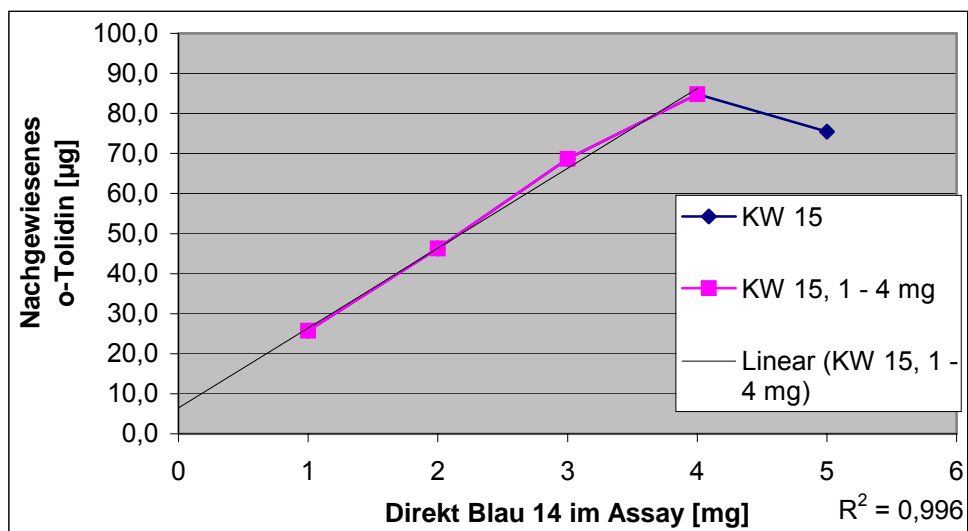


Abb. D-7 Freisetzung von o-Tolidin aus Direkt Blau 14 in Abhängigkeit von der Substratmenge, 1 bis 5 mg, KW 15/03

Die mit 1 bis 4 Milligramm Direkt Blau 14 inkubierten Assays zeigen eine deutliche lineare Korrelation zwischen der eingesetzten Farbstoff und der nachgewiesenen Menge an Amin. Der 5-Milligramm-Assay folgt dieser Korrelation nicht mehr.

Tab. D-6 Freisetzung von o-Tolidin aus Direkt Blau 14 in Abhängigkeit von der Substratmenge, 2 bis 10 mg, KW 18/03

Eingesetztes Direkt Blau 14 [mg]	2,0	4,0	6,0	10,0
Nachgewiesenes o-Tolidin [µg]	67,0	128,5	176,7	233,0

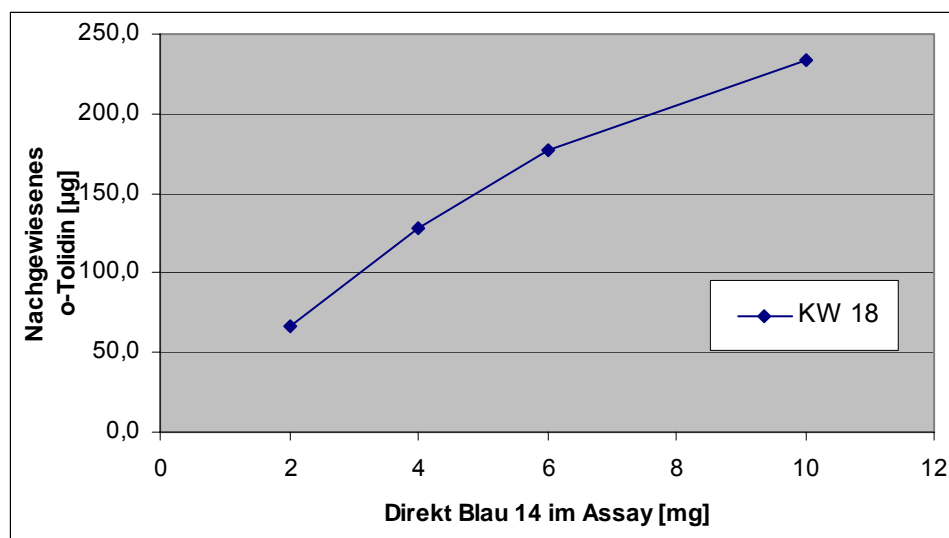


Abb. D-7 Freisetzung von o-Tolidin aus Direkt Blau 14 in Abhängigkeit von der Substratmenge, Bereich 2 bis 10 mg

Bei der Inkubation von Assays im Bereich von 2 bis 10 Milligramm ergibt sich eine Amin-Freisetzung, die zunächst linear mit der Farbstoffmenge ansteigt, im oberen Bereich flacht die Kurve ab und nähert sich evtl. der Sättigungskonzentration. Bei den folgenden Versuchen wurde daher die Menge an Substrat nochmals, zuletzt bis auf 40 mg je Assay, erhöht.

Tab. D-8 Freisetzung von o-Tolidin aus Direkt Blau 14 in Abhängigkeit von der Substratmenge, 4 bis 20 mg, KW 19/03

Eingesetztes Direkt Blau 14 [mg]	4,0	8,0	12,0	16,0	20,0
Nachgewiesenes o-Tolidin [μg]	60,3	97,0	123,0	147,8	145,0

Tab. D-9 Freisetzung von o-Tolidin aus Direkt Blau 14 in Abhängigkeit von der Substratmenge, 8 bis 40 mg, KW 25/03

Eingesetztes Direkt Blau 14 [mg]	8,0	16,0	24,0	32,0	40,0
Nachgewiesenes o-Tolidin [μg]	74,8	152,6	216,4	238,2	263,8

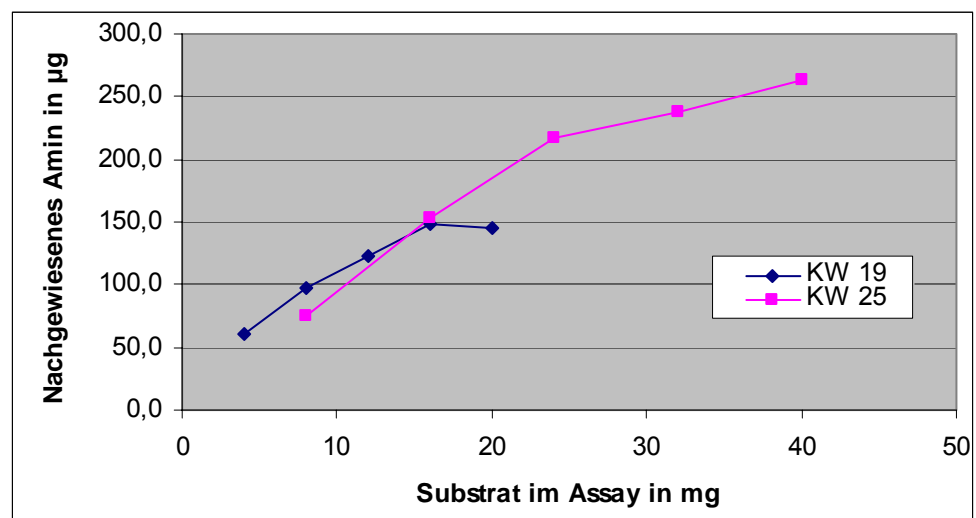


Abb. D-8 Freisetzung von o-Tolidin aus Direkt Blau 14 in Abhängigkeit von der Substratmenge, Bereiche 4 bis 20 mg und 8 bis 40 mg, KW 19/03 und 25/03

Auch bei der Inkubation von Ansätzen mit 4 bis 20 Milligramm Direkt Blau 14 weicht nur der letzte Assay deutlich von der im Bereich 4 bis 16 Milligramm bestehenden Korrelation ab. Wiederum lässt sich aus diesem einzelnen Wert keine verlässliche Aussage zum Erreichen der Sättigungskonzentration treffen. Erst bei der Untersuchung von Assays mit 8 bis 40 Milligramm des Farbstoffs zeigt sich im Bereich von 24 bis 40 Milligramm, dass der Anstieg

der Amin-Freisetzung nun deutlich flacher verläuft als zuvor und die Farbstoffkonzentration im Assay sich der Sättigung nähert.

Bei der Inkubation sehr großer Mengen an Crocein Scharlach wurde ein ähnliches Verhalten beobachtet wie bei vergleichbaren Mengen an Direkt Blau 1:

Tab. D-10 Freisetzung von 4-Aminoazobenzen aus Crocein Scharlach in Abhängigkeit von der Substratmenge, 4 bis 20 mg, KW 19/03

Eingesetztes Crocein Scharlach [mg]	4,0	8,0	12,0	16,0	20,0
Nachgewiesenes 4-Aminoazobenzen [μg]	372,6	637,1	275,8	189,0	176,4

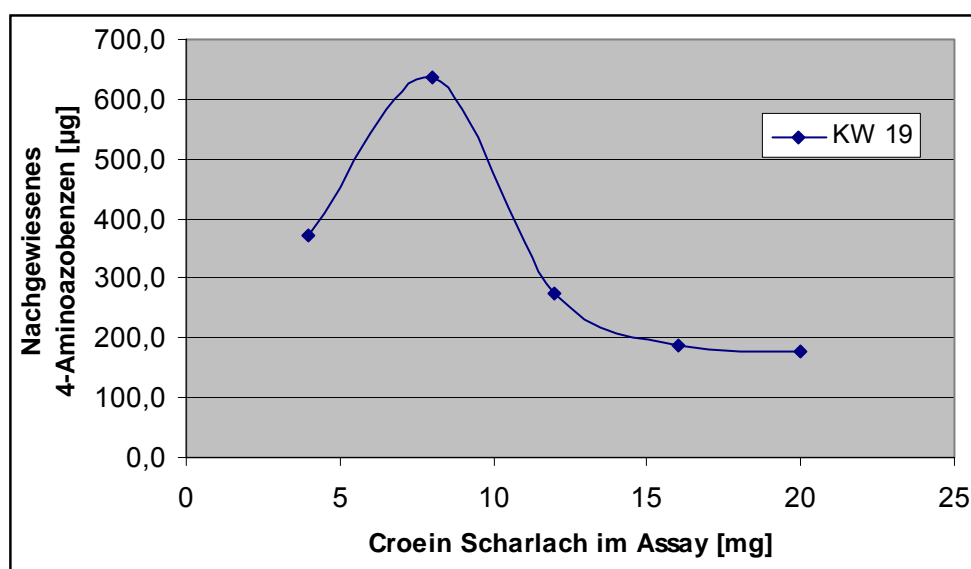


Abb. D-9 Freisetzung von 4-Aminoazobenzen aus Crocein Scharlach in Abhängigkeit von der Substratmenge, 4 bis 20 mg, KW 19/03

Während bei den Farbstoffen Acid Orange 24, Direkt Blau 1 und Direkt Blau 14 auch bei sehr hohen Einwaagen an Farbstoff ein Plateau, d.h. eine über mehrere benachbarte Werte-Paare von der Substratmenge unabhängige Amin-Freisetzung nicht beobachtet werden konnte, wurde ein solches Plateau bei den Farbstoffen Congorot (vgl. Hauptteil, Ziffer 4.5.3), aber auch Acid Red 114 und Direkt Rot 2 schon bei sehr geringen Einwaagen erreicht:

Tab. D-11 Freisetzung von o-Tolidin aus Acid Red 114 in Abhängigkeit von der Substratmenge, 1 bis 5 mg, KW 18/03

Eingesetztes Acid Red 114 [mg]	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0
Nachgewiesenes o-Tolidin [µg]	83,6	88,4	102,0	96,3	79,0

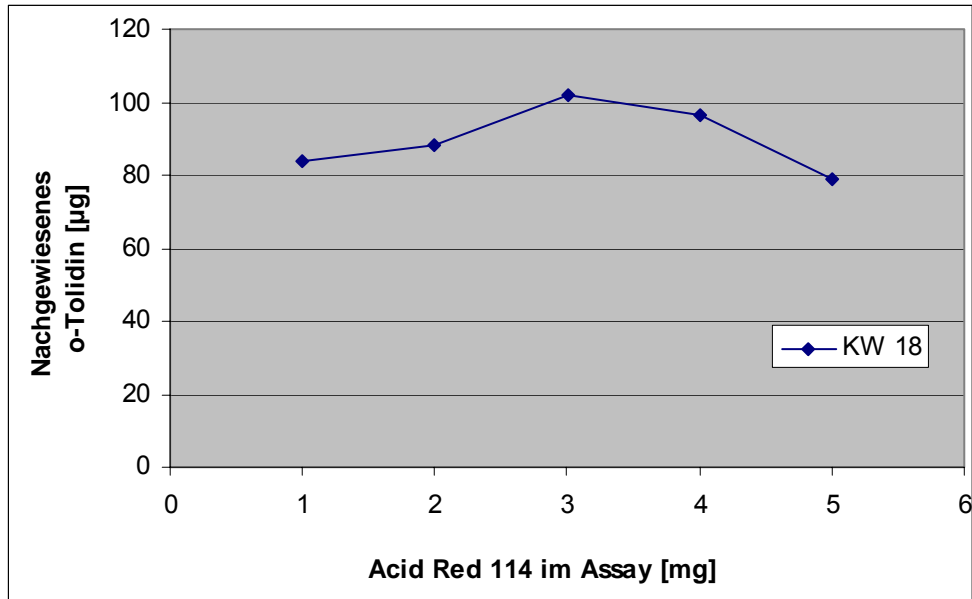


Abb. D-10 Freisetzung von o-Tolidin aus Acid Red 114 in Abhängigkeit von der Substratmenge, Bereich 1 bis 5 mg

Tab. D-12 Freisetzung von o-Tolidin aus Acid Red 114 in Abhängigkeit von der Substratmenge, 0,2 bis 1,0 mg, KW 19/03

Eingesetztes Acid Red 114 [mg]	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
Nachgewiesenes o-Tolidin [µg]	9,8	20,0	25,9	39,8	48,4

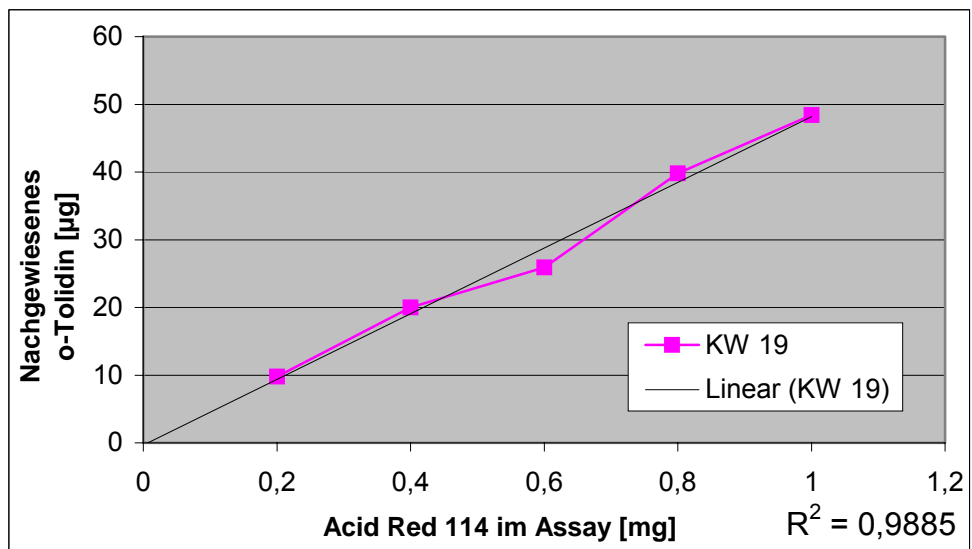


Abb. D-11 Freisetzung von o-Tolidin aus Acid Red 114 in Abhängigkeit von der Substratmenge, Bereich 0,2 bis 1,0 mg, KW 19/03

Tab. D-13 Freisetzung von o-Tolidin aus Direkt Rot 2 in Abhängigkeit von der Substratmenge, 1 bis 5 mg, KW 18/03

Eingesetztes Direkt Rot 2 [mg]	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0
Nachgewiesenes o-Tolidin [µg]	23,5	19,8	24,2	22,8	21,4

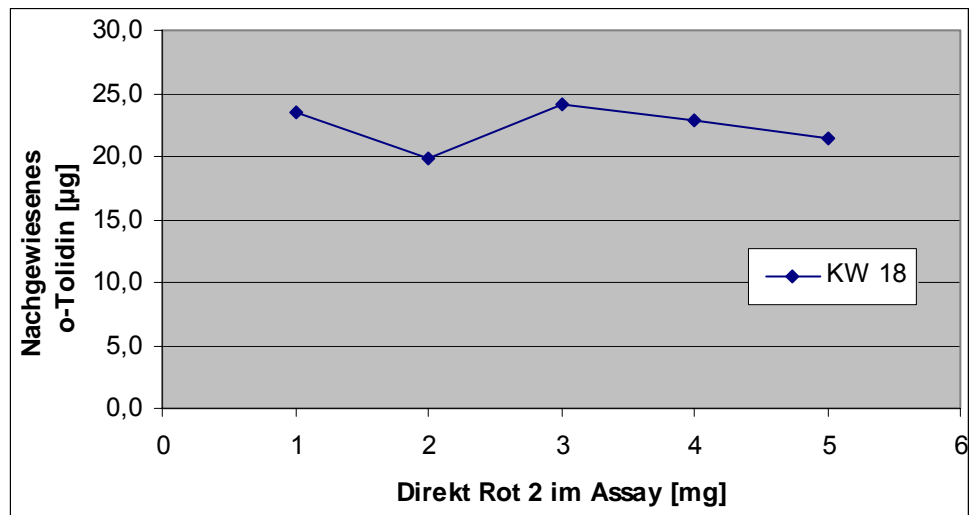


Abb. D-12 Freisetzung von o-Tolidin aus Direkt Rot 2 in Abhängigkeit von der Substratmenge, 1 bis 5 mg, KW 18/03

Tab. D-14 Freisetzung von o-Tolidin aus Direkt Rot 2 in Abhängigkeit von der Substratmenge, 0,2 bis 1,0 mg, KW 19/03

Eingesetztes Direkt Rot 2 [mg]	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
Nachgewiesenes o-Tolidin [µg]	7,7	11,7	15,3	17,2	16,9

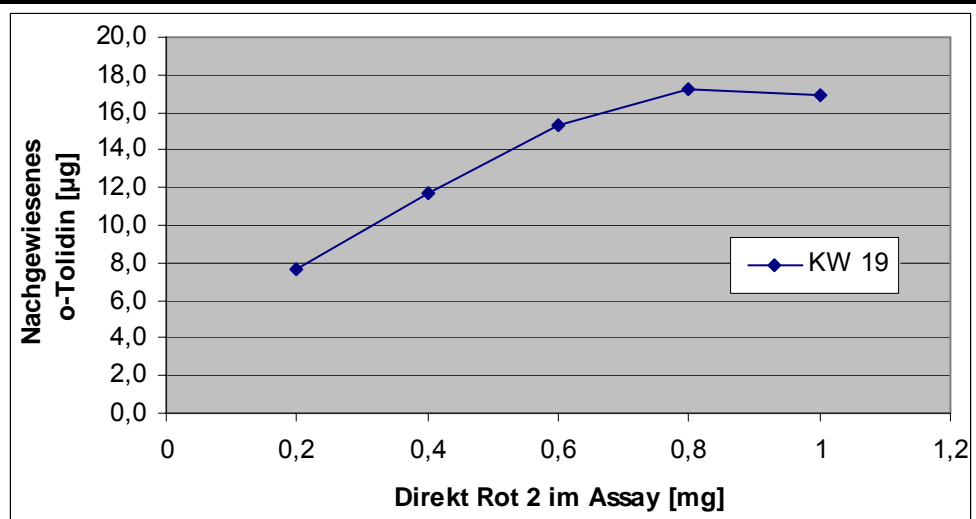


Abb. D-13 Freisetzung von o-Tolidin aus Direkt Rot 2 in Abhängigkeit von der Substratmenge, 0,2 bis 1,0 mg, KW 19/03