

DIN EN ISO 16373-2

ICS 59.080.01; 87.060.10

**Textilien –
Farbstoffe –****Teil 2: Allgemeines Verfahren zur Bestimmung von extrahierbaren
Farbstoffen einschließlich allergener und karzinogener Farbstoffe
(Pyridin-Wasser-Verfahren) (ISO 16373-2:2014);
Deutsche Fassung EN ISO 16373-2:2014**Textiles –
Dyestuffs –

Part 2: General method for the determination of extractable dyestuffs including allergenic and carcinogenic dyestuffs (method using pyridine-water) (ISO 16373-2:2014);
German version EN ISO 16373-2:2014

Textiles –
Colorants –

Partie 2: Méthode générale de détermination des colorants extractibles, notamment les colorants allergènes et cancérigènes (méthode utilisant un mélange pyridine/eau) (ISO 16373-2:2014);
Version allemande EN ISO 16373-2:2014

Gesamtumfang 27 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 16373-2:2014) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 248 „Textilien und textile Erzeugnisse“, dessen Sekretariat vom BSI (Vereinigtes Königreich) gehalten wird, in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee ISO/TC 38 „Textiles“ erarbeitet.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-05-12 AA „Textilchemische Prüfverfahren und Fasertrennung“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Unter dem allgemeinen Titel *Textilien — Farbstoffe* besteht EN ISO 16373 aus den folgenden Teilen:

- *Teil 1: Allgemeine Grundlagen der Prüfung farbiger Textilien zur Farbstoff-Identifikation*
- *Teil 2: Allgemeines Verfahren zur Bestimmung von extrahierbaren Farbstoffen einschließlich allergener und karzinogener Farbstoffe (Pyridin-Wasser-Verfahren)*
- *Teil 3: Verfahren zur Bestimmung von bestimmten karzinogenen Farbstoffen (Triethylamin/Methanol-Verfahren)*

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 3696 siehe DIN ISO 3696

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

Deutsche Fassung

Textilien — Farbstoffe —
Teil 2: Allgemeines Verfahren zur Bestimmung von
extrahierbaren Farbstoffen einschließlich allergener und
karzinogener Farbstoffe (Pyridin-Wasser-Verfahren)
(ISO 16373-2:2014)

Textiles — Dyestuffs —
Part 2: General method for the determination of extractable
dyestuffs including allergenic and carcinogenic dyestuffs
(method using pyridine-water)
(ISO 16373-2:2014)

Textiles — Colorants —
Partie 2: Méthode générale de détermination des colorants
extractibles, notamment les colorants allergènes et
cancérigènes (méthode utilisant un mélange pyridine/eau)
(ISO 16373-2:2014)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 3. Juni 2014 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-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. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum des CEN-CENELEC oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum 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.



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
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	5
5 Sicherheitsvorkehrungen	5
6 Reagenzien	6
7 Geräte.....	6
7.1 Geräte und Hilfsmittel für die Probenaufbereitung	6
7.2 Chromatographische Ausrüstung (aus den hier aufgeführten auszuwählen)	6
8 Verfahren	7
8.1 Vorbereitung der Messprobe	7
8.2 Extraktion	7
8.3 Nachweis und Quantifizierung des Farbstoffs	7
8.4 Kalibrierung.....	8
9 Berechnung und Auswertung	8
10 Prüfbericht.....	8
Anhang A (normativ) Liste karzinogener Farbstoffe.....	9
Anhang B (normativ) Liste allergener und anderer Farbstoffe	10
Anhang C (normativ) Berechnung	12
Anhang D (informativ) Beispiele chromatographischer Verfahren	13
Anhang E (informativ) Zuverlässigkeit des Verfahrens.....	22
Anhang F (informativ) Mehrfachextraktion unterschiedlicher Textilfasern mit Pyridin/Wasser	23
Literaturhinweise	25

Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 16373-2:2014) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 38 „Textiles“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 248 „Textilien und textile Erzeugnisse“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom BSI gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Dezember 2014, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Dezember 2014 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 16373-2:2014 wurde vom CEN als EN ISO 16373-2:2014 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Einleitung

Die ISO 16373 Reihe behandelt die quantitative und qualitative Bestimmung der in Textilien verwendeten Farbstoffe.

ISO 16373-1¹⁾ umfasst die Definition der Farbstoffklassen und die Beschreibung einiger Verfahren zur qualitativen Bestimmung der in dem Textilmaterial verwendeten Farbstoffklasse.

Die anderen Teile der ISO 16373 beziehen sich auf die quantitative Bestimmung einiger Farbstoffe.

In dem vorliegenden Teil der ISO 16373 beruht das Prüfverfahren auf der Extraktion unter Verwendung einer Lösung aus Pyridin-Wasser, die sich als die wirksamste Lösung erwiesen hat, um einen großen Bereich von Farbstoffen, einschließlich allergener und karzinogener Farbstoffe zu extrahieren.

In ISO 16373-3 beruht das Prüfverfahren auf der Extraktion unter Verwendung einer Triethylamin/Methanollösung. Diese Lösung hat sich in bestimmten Fällen als wirksames Extraktionsmittel einiger Farbstoffe erwiesen.

Zusätzliche Angaben zur Wiederfindungsrate (zur Beschreibung der Extraktionseffizienz), die sich aus der Anwendung von ISO 16373-3 und diesem Teil der ISO 16373 ergeben haben, werden in ISO 16373-1 zusammengefasst werden.

Es ist wichtig anzumerken, dass es im Zusammenhang mit Azofarbstoffen andere Prüfverfahren gibt, bei denen eine Reduktion der extrahierten Azofarbstoffe zur Freisetzung einiger aromatischer Amine führt, die chromatographisch nachzuweisen und zu bestimmen sind.

In Anhang F wird die mit dem Verfahren dieses Teils der ISO 16373 erhaltene prozentuale Wiederfindung für die Farbstoffklassen (in ISO 16373-1 festzulegen) saurer Farbstoffe, basischer Farbstoffe, direkter Farbstoffe, von Dispersionsfarbstoffen, Flüssigfarbstoffen und „Fixierfärbemitteln“ an unterschiedlichen Textilfasern dargestellt.

1) wird veröffentlicht.

1 Anwendungsbereich

Der vorliegende Teil der ISO 16373 legt die Analysen fest, die zum Nachweis extrahierbarer Farbstoffe in textilen Erzeugnissen angewendet werden; die Extraktion erfolgt für alle Faserarten und Farbstofftypen mit Pyridin/Wasser (1:1). Die Norm (siehe Anhänge A und B) führt die allergenen und karzinogenen Farbstoffe auf, die mit diesem Verfahren analysiert werden können; diese Farbstofflisten sind erweiterbar.

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 3696, *Water for analytical use — Specification and test methods*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

allergener Farbstoff

Farbstoff, der eine allergische Hautreaktion verursachen kann

3.2

karzinogener Farbstoff

Farbstoff, der als karzinogener Stoff eingestuft ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Harmonisierte Klassifizierung in Übereinstimmung mit dem *Globally harmonized system of classification and labelling of chemicals (GHS)* [2], Bestandteil der EU-Vorschrift 1272/2008 (CLP) [3].

4 Kurzbeschreibung

Aus dem textilen Erzeugnis wird eine gefärbte Probe ausgewählt und mit Pyridin/Wasser bei 100 °C extrahiert. Der Extrakt wird mittels Flüssigkeitschromatographie/Diodenarray-Detektion (LC/DAD) und/oder mittels Flüssigkeitschromatographie/Massenspektrometrie (LC/MS) analysiert.

5 Sicherheitsvorkehrungen

WARNUNG — Die in den Tabellen A.1, B.1 und B.2 aufgeführten Stoffe sind als Stoffe klassifiziert, die dafür bekannt sind oder von denen vermutet wird, dass sie Humanallergene oder Humankarzinogene sind.

Es ist sicherzustellen, dass die Handhabung und Entsorgung dieser Stoffe unter strikter Einhaltung der entsprechenden nationalen Gesundheits- und Sicherheitsbestimmungen erfolgt.

Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, sichere und geeignete Techniken bei der Handhabung der Materialien in diesem Prüfverfahren anzuwenden. Bezüglich bestimmter Einzelheiten, wie Sicherheitsdatenblättern und sonstigen Empfehlungen sind die Hersteller zu konsultieren.

Die gute Laborpraxis sollte eingehalten werden. In allen Laborbereichen sind Schutzbrillen und beim Umgang mit pulverartigen Farbstoffen Einmal-Staubschutzmasken zu tragen.

Es wird hiermit auf mögliche nationale und lokale Sicherheitsbestimmungen verwiesen.

6 Reagenzien

Sofern nicht anders festgelegt, sind analysenreine Chemikalien zu verwenden.

6.1 Pyridin.

6.2 Acetonitril, chromatographischer Reinheit.

6.3 Ammoniumacetat.

6.4 Tetrabutylammoniumdihydrogenphosphat.

6.5 Entionisiertes Wasser, Qualität 3 nach ISO 3696.

6.6 Pyridin/Wasser (1:1), durch Mischen von 500 ml Pyridin (6.1) und 500 ml Wasser (6.5) hergestellt.

Die Lösung ist in einer braunen Glasflasche zu lagern.

6.7 Einzelne Stammlösungen, aller in den Anhängen A und B aufgeführten Standardsubstanzen, hergestellt in Pyridin-Wasser im Verhältnis 1:1.

Es wird empfohlen, Standardsubstanzen (einschließlich der in den Anhängen A und B aufgeführten) mit der am Markt erhältlichen höchsten Reinheit anzuwenden. Die vorgegebene Reinheit ist bei der Berechnung (siehe Abschnitt 9) zu berücksichtigen.

7 Geräte

7.1 Geräte und Hilfsmittel für die Probenaufbereitung

7.1.1 Übliche Laborausrüstung.

7.1.2 Analysenwaage, Fehlergrenze von 0,01 g.

7.1.3 Glasgefäße, (20 ml bis 40 ml) mit dichtem Verschluss.

7.1.4 Heizquelle, die Wärme mit einer Temperatur von (100 ± 2) °C erzeugt (Thermoblock oder Labor-Sandbad, regulierbar).

7.1.5 Probengeber-Glasfläschchen, mit dichtem Verschluss.

7.1.6 Thermosensor, z. B. Thermoelement, zur Messung bei 100 °C mit einer Fehlergrenze von 0,1 °C.

7.2 Chromatographische Ausrüstung (aus den hier aufgeführten auszuwählen)

7.2.1 Ausrüstung für LC/DAD

- Hochleistungsflüssigkeitschromatograph (HPLC),
- DAD-Detektor,
- Trennsäule,
- Vorsäule.

7.2.2 Ausrüstung für LC/MS

- Hochleistungsflüssigkeitschromatograph (HPLC),
- Elektrospray-Ionenquelle,
- MS-Detektor,
- Trennsäule,
- Vorsäule.

8 Verfahren

8.1 Vorbereitung der Messprobe

Die Messprobe ist auf der Grundlage der folgenden Kriterien auszuwählen:

- Teile des textilen Erzeugnisses;
- Art des Faserbestandteils (Faserzusammensetzung);
- Farben.

Zur Herstellung der Messprobe mit höchstens 1,0 g ist die Laborprobe in kleine Stücke mit nicht mehr als 1 cm² zu schneiden. Die Masse der Messprobe ist auf 0,01 g zu bestimmen und als m_E (siehe 8.2) zu notieren.

8.2 Extraktion

7,5 ml Pyridin-Wasser (1:1) (6.6) sind zur Messprobe hinzuzufügen und das Gläschen ist dicht zu verschließen. Das Gläschen ist in der Heizquelle zu erhitzen, bis die Temperatur des Lösemittels (100 ± 2) °C erreicht hat, und diese Temperatur ist für (35 ± 5) min zu halten.

Es ist die Zeit zu prüfen, die das Lösemittel benötigt, um die erforderliche Temperatur zu erreichen. Dies geschieht in einem Glasgefäß (siehe 8.1), das 7,5 ml Pyridin/Wasser (1:1) (6.6) und einen Thermosensor enthält (7.1.6), der in das Lösemittel eingetaucht ist und mit einem Septum abgedichtet ist.

Vor dem Öffnen ist das Gläschen auf eine Temperatur von 40 °C oder darunter herunter zu kühlen.

Für die weitere Analyse ist etwa 1 ml der (Prüf-)Flüssigkeit von dem Gläschen in ein kleineres Gläschen zu überführen.

ANMERKUNG Dieser Schritt könnte mit einer Spritze durch das geschlossene Septum erfolgen, um den Kontakt mit Pyridin zu minimieren.

8.3 Nachweis und Quantifizierung des Farbstoffs

Der Nachweis von Farbstoffen kann mit den oben genannten chromatographischen Verfahren (7.2) durchgeführt werden. Falls andere analytische Verfahren angewendet werden, sind diese anzugeben.

Die Quantifizierung der Farbstoffe wird mittels HPLC/DAD/MS durchgeführt.

ANMERKUNG Einige Farbstoffe können mit HPLC/DAD quantifiziert werden.