

DIN EN ISO 16373-2

ICS 59.080.01; 87.060.10

Einsprüche bis 2012-07-29

Entwurf**Textilien –
Farbstoffe –****Teil 2: Allgemeines Verfahren zur Bestimmung von bestimmten
extrahierbaren Farbstoffen einschließlich allergener und karzinogener
Farbstoffe (ISO/DIS 16373-2:2012);
Deutsche Fassung prEN ISO 16373-2:2012**Textiles –
Dyestuffs –Part 2: General method for the determination of extractable dyestuffs including allergenic
and carcinogenic (ISO/DIS 16373-2:2012);
German version prEN ISO 16373-2:2012Textiles –
Colorants –Partie 2: Méthode générale de détermination de colorants extractibles dont colorants
allergènes et cancérogènes (ISO/DIS 16373-2:2012);
Version allemande prEN ISO 16373-2:2012**Anwendungswarnvermerk**

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2012-05-14 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses
Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise als Datei per E-Mail an nmp@din.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann
im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter
www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder in Papierform an den Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN, 10772 Berlin
(Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

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

Gesamtumfang 25 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 16373-2:2012) 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 Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN.

Textilien — Farbstoffe — Teil 2: Allgemeines Verfahren zur Bestimmung von bestimmten extrahierbaren Farbstoffen einschließlich allergener und karzinogener Farbstoffe (ISO/DIS 16373-2:2012)

Textiles — Colorants — Partie 2 : Méthode générale de détermination de colorants extractibles dont colorants allergènes et cancérogènes (ISO/DIS 16373-2:2012)

Textiles — Dyestuffs — Part 2: General method for the determination of extractable dyestuffs including allergenic and carcinogenic (ISO/DIS 16373-2:2012)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.4e - RC2

Inhalt

Seite

Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	4
5 Sicherheitsvorkehrungen	4
6 Reagenzien	5
7 Geräte.....	5
8 Verfahren	6
9 Berechnung und Auswertung	6
10 Prüfbericht.....	6
Anhang A (normativ) Liste karzinogener Farbstoffe	7
Anhang B (normativ) Liste allergener und anderer Farbstoffe	8
Anhang C (normativ) Berechnung.....	10
Anhang D (informativ) Beispiele chromatographischer Verfahren	11
Anhang E (informativ) Zuverlässigkeit des Verfahrens.....	20
Anhang F (informativ) Mehrfachextraktion unterschiedlicher Textilfasern mit Pyridin/Wasser	21
Literaturhinweise	23

Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 16373-2:2012) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 248 „Textilien und textile Erzeugnisse“, dessen Sekretariat vom BSI gehalten wird, in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee ISO/TC 38 „Textiles“ erarbeitet.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

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

- *Teil 1: Allgemeine Prüfgrundsätze zur Farbstoffidentifizierung gefärbter Textilien*
- *Teil 2: Allgemeines Verfahren zur Bestimmung von bestimmten extrahierbaren Farbstoffen einschließlich allergener und karzinogener Farbstoffe*
- *Teil 3: Verfahren zur Bestimmung karzinogener extrahierbarer Farbstoffe*

1 Anwendungsbereich

Die in der vorliegenden Norm beschriebenen Analysen werden zum Nachweis extrahierbarer Farbstoffe in textilen Erzeugnissen angewendet. Die Extraktion erfolgt für alle Faserarten und Farbstofftypen mit Pyridin/Wasser (1:1).

Allergene und karzinogene Farbstoffe, die mit diesem Verfahren analysiert werden können, sind in den Anhängen A und B aufgeführt. Diese Farbstofflisten können erweitert werden.

ANMERKUNG In Anhang F wird die mit diesem Verfahren erhaltene prozentuale Wiederfindung für die Klassen (wie in Teil 1 festgelegt) saurer Farbstoffe, basischer Farbstoffe, direkter Farbstoffe, von Dispersionsfarbstoffen, Flüssigfarbstoffen und "Fixierfärbemitteln" an unterschiedlichen Textilfasern dargestellt.

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 Harmonisierte Klassifizierung in Übereinstimmung mit dem Globally harmonized system of classification and labelling of chemicals (GHS)^[2] (ist 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 Sicherheitsdatenblätter 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.

ANMERKUNG 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, Reinheit 3 nach ISO 3696.

6.6 Pyridin/Wasser (1:1), 500 ml Pyridin (6.1) und 500 ml Wasser (6.5) sind zu mischen. Die Lösung ist in einer braunen Glasflasche zu lagern.

ANMERKUNG 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 (9) zu berücksichtigen.

7 Geräte

7.1 Geräte und Hilfsmittel für die Probenaufbereitung

7.1.1 Übliche Laborausrüstung

7.1.2 Analysenwaage, Auflösung von 0,01 g.

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

7.1.4 Heizquelle, die eine Temperatur von $(100 \pm 2) ^\circ\text{C}$ erzeugt (Thermoblock oder Labor-Sandbad, regulierbar).

7.1.5 Probengeber-Glasvials, mit dichtem Verschluss.

7.2 Aus dem Folgenden ausgewählte chromatographische Ausrüstung:

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 Probe

Die Probe ist in kleine Stücke zu schneiden und 0,5 g davon sind in ein Glasgefäß einzuwiegen.

8.2 Extraktion

7,5 ml Pyridin/Wasser (1:1) (6.6) sind zur Probe hinzuzufügen, und das Gefäß ist dicht zu verschließen. Das Gefäß ist in der Heizquelle zu erhitzen, bis das Lösemittel eine Temperatur von $(100 \pm 2) ^\circ\text{C}$ erreicht hat, und ist für (35 ± 5) min bei dieser Temperatur zu halten.

Mit einer Leerprobe ist die Zeitdauer zu überprüfen, die das Lösemittel bis zum Erreichen der geforderten Temperatur benötigt.

Vor dem Öffnen ist das Gefäß auf eine Temperatur von $40 ^\circ\text{C}$ oder weniger herunterzukühlen. Für die weitere Analyse wird etwa 1 ml in ein kleines Vial überführt.

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

8.3 Nachweis und Quantifizierung der Farbstoffe

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

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

9 Berechnung und Auswertung

Die Farbstoffgehalte werden üblicherweise mit einer Software berechnet. Die manuelle Berechnung kann, wie in Anhang C beschrieben, durchgeführt werden.

Die Farbstoffgehalte sind in mg Farbstoff je kg Textil (mg/kg) anzugeben.

Bei einem Gehalt des nachgewiesenen Farbstoffs von mehr als 100 mg/kg ist anzunehmen, dass ein bestimmter Farbstoff verwendet wurde, siehe Tabellen A.1, B.1 und B.2.

10 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss auf das vorliegende offizielle Verfahren verweisen und mindestens die folgenden Einzelheiten enthalten:

- a) Verweisung auf diese Internationale Norm;
- b) Art, Herkunft und Bezeichnung der Probe (Teilprobe, falls zutreffend);
- c) Eingangsdatum im Prüflaboratorium und Datum der Analyse;
- d) Verfahren der Probenahme;
- e) Nachweisverfahren und Quantifizierungsverfahren;
- f) Ergebnisse, angegeben als Gehalt und Nachweisgrenze je Farbstoff, in mg/kg;
- g) alle Abweichungen vom Verfahren.