

DIN EN ISO 16373-3

ICS 59.080.01; 87.060.10

Einsprüche bis 2013-01-26

Entwurf**Textilien –
Farbstoffe –****Teil 3: Verfahren zur Bestimmung von bestimmten karzinogenen
Farbstoffen (Triethylamin/Methanol-Verfahren) (ISO/DIS 16373-3:2012);
Deutsche Fassung prEN ISO 16373-3:2012**Textiles –
Dyestuffs –

Part 3: Method for determination of certain carcinogenic extractable dyestuffs (method using triethylamine/methanol) (ISO/DIS 16373-3:2012);
German version prEN ISO 16373-3:2012

Textiles –
Colorants –

Partie 3: Méthode de détermination de certains colorants cancérigènes extractibles (méthode en utilisant la triéthylamine / méthanol) (ISO/DIS 16373-3:2012);
Version allemande prEN ISO 16373-3:2012

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2012-11-19 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 27 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 16373-3:2012) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 38 „Textiles“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 248 „Textilien und textile Erzeugnisse“ erarbeitet, dessen Sekretariat von BSI (Vereinigtes Königreich) gehalten wird.

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

Das Ausgabedatum des Europäischen Norm-Entwurfs stand zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieses DIN EN ISO-Entwurfs noch nicht fest; der prEN ISO wird jedoch von CCMC unter der angegebenen prEN-Nummer demnächst zur CEN-Umfrage verteilt. Um der deutschen Öffentlichkeit eine möglichst lange Einspruchsfrist einzuräumen, wurde dieser Norm-Entwurf bereits vorab veröffentlicht.

Textilien — Farbstoffe — Teil 3: Verfahren zur Bestimmung von bestimmten karzinogenen Farbstoffen (Triethylamin/Methanol-Verfahren) (ISO/DIS 16373-3:2012)

Textiles — Colorants — Partie 3 : Méthode de détermination de certains colorants cancérogènes extractibles (méthode en utilisant la triéthylamine / méthanol) (ISO/DIS 16373-3:2012)

Textiles — Dyestuffs — Part 3: Method for determination of certain carcinogenic extractable dyestuffs (method using triethylamine/methanol) (ISO/DIS 16373-3:2012)

ICS:

Deskriptoren:

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

STD Version 2.4e - RC2

Inhalt

Seite

Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Begriffe	5
3 Kurzbeschreibung	5
4 Sicherheitsvorkehrungen	5
5 Geräte.....	6
6 Reagenzien	6
7 Probenahme und Aufbereitung der Messprobe	6
8 Verfahren	7
9 Prüfbericht.....	8
Anhang A (informativ) Chromatographische Analyse.....	9
Anhang B (informativ) Prüfergebnisse des Ringversuchs	18
Literaturhinweise	25

Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 16373-3:2012) 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.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

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

- Teil 3: *Verfahren zur Bestimmung von bestimmten karzinogenen Farbstoffen (Triethylamin/Methanol-Verfahren)*
- Teil 1: Allgemeine Prüfgrundsätze zur Farbstoffidentifizierung gefärbter Textilien unter VA-CEN-Leitung (CEN/TC 248/WG 26) — Vorläufiger Arbeitsgegenstand
- Teil 2: *Allgemeines Verfahren zur Bestimmung von bestimmten extrahierbaren Farbstoffen unter VA-CEN-Leitung (CEN/TC 248/WG 26)*

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 16373-3:2012 wurde vom CEN als prEN ISO 16373-3:2012 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Einleitung

Angesichts der Besorgnis der Verbraucher um Sicherheit und Hygiene haben viele Länder Verordnungen zu karzinogenen Farbstoffen in textilen Gegenständen eingeführt, die für die Verwendung bei Kindern und Kleinkindern von besonderer Bedeutung sind. Bei der Internationalen Normungsorganisation (ISO) wurden Prüfverfahren für diese bei textilen Flächengebilden verwendeten karzinogenen Farbstoffe bisher noch nicht erarbeitet. Zur weltweiten Unterstützung und Sicherung dieser Verordnungen ist ein Prüfverfahren gegenwärtig sehr wichtig. Erstmals bei der ISO beschreibt die vorliegende Norm das Verfahren für einen dieser karzinogenen Farbstoffe.

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

- ISO 16373-1 enthält die Definition der Farbstoffklassen und eine Beschreibung von einigen Verfahren zur qualitativen Identifizierung der im Textilmaterial verwendeten Farbstoffklasse. Die anderen Teile der ISO 16373 behandeln die Quantifizierung einiger Farbstoffe.
- ISO 16373-2, Textilien — Farbstoffe — Teil 2: Allgemeines Verfahren zur Bestimmung von bestimmten extrahierbaren Farbstoffen einschließlich allergener und karzinogener Farbstoffe. Das Prüfverfahren beruht auf der Extraktion mit einer Pyridin-Wasser-Lösung, die sich als die wirksamste Lösung erwiesen hat, um einen großen Bereich von Farbstoffen, einschließlich allergener und karzinogener Farbstoffe zu extrahieren.
- ISO 16373-3, Textilien — Farbstoffe — Teil 3: Verfahren zur Bestimmung karzinogener extrahierbarer Farbstoffe. Das Prüfverfahren beruht auf der Extraktion mit einer Triethylamin-Methanollösung. Diese Lösung hat sich in bestimmten Fällen als wirksames Extraktionsmittel einiger Farbstoffe erwiesen.

Im informativen Anhang B von Teil 1 sind zusätzliche Angaben zur Wiederfindungsrate (zur Beschreibung der Extraktionseffizienz) zusammengefasst, die sich aus der Anwendung von Teil 2 und Teil 3 ergeben haben.

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 (siehe Literaturhinweise/Bestimmung aromatischer Amine).

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren zum Nachweis und zur quantitativen Bestimmung des Vorhandenseins der nachstehend aufgeführten karzinogenen Farbstoffe in gefärbten, bedruckten oder beschichteten Textilerzeugnissen durch eine chromatographische Analyse der Extrakte fest.

C.I. Basic Red 9, CAS-Nr. 569-61-9

C.I. Disperse Orange 11, CAS-Nr. 82-28-0

C.I. Disperse Yellow 3, CAS-Nr. 2832-40-8

C.I. Acid Red 114, CAS-Nr. 6459-9-5

C.I. Acid Red 26, CAS-Nr. 3761-53-3

C.I. Direct Black 38, CAS-Nr. 1937-37-7

C.I. Direct Red 28, CAS-Nr. 573-58-0

2 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

2.1

textiles Flächengebilde

Web- und Wirkwaren usw., die durch das Ineinandergreifen von Fasern und Garnen mit einer bestimmten Bindekraft gebildet werden und die im Allgemeinen für Kleidung oder Heimtextilien vorgesehen sind

ANMERKUNG Oftmals sind bestimmte Typen von Vliesstoffen eingeschlossen.

2.2

karzinogener Farbstoff

Farbstoff, der als Stoff klassifiziert ist, der dafür bekannt ist oder von dem vermutet wird, dass er humanallergen oder humankarzinogen wirkt

3 Kurzbeschreibung

Der Farbstoff einer gefärbten Messprobe wird unter festgelegten Bedingungen mit einem Lösemittel in einem Ultraschallbad extrahiert. Der Extrakt wird entweder durch eine Hochleistungsflüssigchromatographie mit Diodenarraydetektor (HPLC-DAD) oder einem Massenspektrometer (HPLC-MSD) analysiert.

4 Sicherheitsvorkehrungen

4.1 Allgemeines

WARNUNG — Die in dieser Norm genannten Farbstoffe sind als Stoffe klassifiziert, die dafür bekannt sind oder von denen vermutet wird, dass sie Humanallergene oder Humankarzinogene sind.

4.2 Handhabung

Die Handhabung und Entsorgung dieser Stoffe muss unter strikter Einhaltung der entsprechenden nationalen Gesundheits- und Sicherheitsbestimmungen erfolgen.

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.

Anwender sollten mögliche nationale und lokale Sicherheitsbestimmungen einhalten.

5 Geräte

5.1 Ultraschallbad, steuerbare Heizung

5.2 Schlangenkühler, geeigneter Größe

5.3 Vakuumrotationsverdampfer mit Vakuumregelung und Wasserbad

5.4 Rundkolben, geeigneter Größe

5.5 Pipetten, geeigneter Größe

5.6 Messkolben, in erforderlicher Größe

5.7 Hochleistungsflüssigchromatographie

HPLC-System mit Diodenarraydetektor (DAD) oder Massenspektroskop (MSD)

ANMERKUNG Zu Einzelheiten der Hochleistungsflüssigchromatographie-Ausrüstung siehe Anhang A.

5.8 Analysenwaage, mit einer Auflösung von 0,001 g.

6 Reagenzien

Sofern nicht anders festgelegt, sind analysenreine Chemikalien zu verwenden.

6.1 Acetonitril

6.2 Methanol

6.3 Hexan

6.4 0,25 %ige Triethylamin-Methanollösung

2,5 ml Triethylamin sind zu 1 l Methanol hinzuzufügen.

6.5 10 mmol/l wässrige Ammoniumacetatlösung

0,77 g Ammoniumacetat sind zu 1 l Wasser hinzuzufügen.

6.6 Karzinogene Farbstoffe

Es ist nur die auf dem Markt erhältliche höchste Reinheit zu verwenden.

6.7 Standardlösung karzinogener Farbstoffe

Der Standardstoff aus 1 mg bis 10 mg der karzinogenen Farbstoffe ist abzumessen und in den 10-ml-Messkolben zu überführen und dann Methanol hinzuzufügen (Standardlösung: 100 µg/ml bis 1 000 µg/ml). Die Standardlösung darf entsprechend verdünnt und zum Aufzeichnen der Kalibrierkurve in vier Lösungen mit bekannten Konzentrationen aufgeteilt werden. Beispielsweise darf der Konzentrationsbereich der Standardlösungen für die Kalibrierkurve mit 1 µg/ml bis 100 µg/ml empfohlen werden.

7 Probenahme und Aufbereitung der Messprobe

7.1 Allgemeines

Die Messprobe ist auf der Grundlage der folgenden Kriterien auszuwählen:

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

Durch das Schneiden der Laborprobe in kleine Stücke mit nicht mehr als 1 cm² ist eine Messprobe von max. 1,0 g herzustellen. Die Masse der Messprobe ist auf 0,01 g genau zu bestimmen und als m_E (siehe 8.2) aufzuzeichnen.

8 Verfahren

8.1 Extraktion

8.1.1 Reinigung

Bei Bedarf ist Öl, Schmierfett oder sonstiges Fett von der Oberfläche der Messprobe durch Eintauchen für 5 min in ein Ultraschallbad (5.1) mit 100 ml Hexan (6.3) bei Umgebungstemperatur zu entfernen.

Die Messprobe ist zu entfernen und ablaufen zu lassen.

8.1.2 Extraktion des Farbstoffs

1,0 g der Messprobe sind in ein 100-ml-Röhrchen einzulegen, das luftdicht verschlossen werden kann. 100 ml 0,25 %ige Triethylamin-Methanollösung (6.4) sind hinzuzufügen, und das Röhrchen ist dicht zu verschließen. Das Röhrchen ist in einem Ultraschallbad bis auf eine Temperatur von $(50 \pm 2)^\circ\text{C}$ zu erhitzen, und diese Temperatur ist für 3 h zu halten.

8.1.3 Einengen des Extrakts und Herstellen der Analysenlösung

Der in 8.1.2 erhaltene Extrakt ist in einen 200-ml-Rundkolben (5.4) zu überführen und in einen Vakuumrotationsverdampfer (5.3) mit Wasserbad bei $(40 \pm 2)^\circ\text{C}$ einzulegen, bis die gesamte Flüssigkeit verdampft ist.

Der Rückstand ist in ausreichend Methanol zu lösen, um 1 ml Lösung zu erhalten. Die Lösung ist durch ein PTFE-Filter mit $0,45\ \mu\text{m}$ zu filtrieren. Wenn die resultierende Messung höher als der kalibrierte Bereich des Chromatographen ist, ist die Lösung weiter mit Methanol zu verdünnen.

8.2 Nachweis und Quantifizierung karzinogener Farbstoffe

Der Nachweis von karzinogenen Farbstoffen ist durch chromatographische Analyse mit der in 5.7 beschriebenen Ausrüstung durchzuführen. Nach der Identifizierung der karzinogenen Farbstoffe ist die Quantifizierung mit der Kalibrierkurve, die mit mehr als vier Punkten der Standardlösung gezeichnet wird, durchzuführen. Im Konzentrationsbereich von 1 µg/ml bis 100 µg/ml beträgt die Korrelation der vier Punkte mehr als 0,99. Das Quantifizieren erfolgt durch das HPLC/DAD-Verfahren. Wenn Fremdstoffe in großer Menge vorhanden sind, wird zum Identifizieren und Quantifizieren das HPLC/MSD-Verfahren empfohlen.

Der Gehalt an karzinogenem Farbstoff in der Probe ist als Masse der Probe w , in µg/g, nach der folgenden Gleichung zu berechnen:

$$w = \frac{\rho_s \times V}{m_E}$$

Dabei ist

ρ_s der interpolierte Gehalt an karzinogenem Farbstoff, in µg/ml;

V das nach 8.1.2 aufgefüllte Endvolumen der Lösung, in ml;

m_E die Masse der Messprobe, in g.