



# PROJET DE NORME INTERNATIONALE ISO/DIS 16373-3

ISO/TC 38

Secrétariat: JISC

Début de vote  
2012-11-08

Vote clos le  
2013-04-08

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

## Textiles — Colorants —

### Partie 3:

## Méthode de détermination de certains colorants cancérogènes extractibles (méthode en utilisant la triéthylamine/méthanol)

Textiles — Dyestuffs —

Part 3: Method for determination of certain carcinogenic extractable dyestuffs (method using triethylamine/methanol)

ICS 59.080.01

### TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN

Le présent projet a été élaboré dans le cadre de l'Organisation internationale de normalisation (ISO) et soumis selon le mode de collaboration **sous la direction de l'ISO**, tel que défini dans l'Accord de Vienne.

Le projet est par conséquent soumis en parallèle aux comités membres de l'ISO et aux comités membres du CEN pour enquête de cinq mois.

En cas d'acceptation de ce projet, un projet final, établi sur la base des observations reçues, sera soumis en parallèle à un vote d'approbation de deux mois au sein de l'ISO et à un vote formel au sein du CEN.

**Pour accélérer la distribution, le présent document est distribué tel qu'il est parvenu du secrétariat du comité. Le travail de rédaction et de composition de texte sera effectué au Secrétariat central de l'ISO au stade de publication.**

**To expedite distribution, this document is circulated as received from the committee secretariat. ISO Central Secretariat work of editing and text composition will be undertaken at publication stage.**

CE DOCUMENT EST UN PROJET DIFFUSÉ POUR OBSERVATIONS ET APPROBATION. IL EST DONC SUSCEPTIBLE DE MODIFICATION ET NE PEUT ÊTRE CITÉ COMME NORME INTERNATIONALE AVANT SA PUBLICATION EN TANT QUE TELLE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)  
Full standard:  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5658cdef-9f90-4453-9983-8ff2cc78dada/iso-16373-3-2014>

### Notice de droit d'auteur

Ce document de l'ISO est un projet de Norme internationale qui est protégé par les droits d'auteur de l'ISO. Sauf autorisé par les lois en matière de droits d'auteur du pays utilisateur, aucune partie de ce projet ISO ne peut être reproduite, enregistrée dans un système d'extraction ou transmise sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé électronique ou mécanique, y compris la photocopie, les enregistrements ou autres, sans autorisation écrite préalable.

Les demandes d'autorisation de reproduction doivent être envoyées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Toute reproduction est soumise au paiement de droits ou à un contrat de licence.

Les contrevenants pourront être poursuivis.

## Sommaire

Page

Avant-propos .....	iv
Introduction.....	v
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Termes et définitions</b> .....	1
3 <b>Principe</b> .....	1
4 <b>Mesures de sécurité</b> .....	2
5 <b>Appareillage</b> .....	2
6 <b>Réactifs</b> .....	3
7 <b>Échantillonnage et préparation des éprouvettes</b> .....	3
8 <b>Mode opératoire</b> .....	4
9 <b>Rapport d'essai</b> .....	5
<b>Annexe A</b> (informative) <b>Analyse chromatographique</b> .....	6
<b>Annexe B</b> (informative) <b>Résultats des essais interlaboratoires</b> .....	15
<b>Bibliographie</b> .....	20

## Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 16373-3 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 38, *Textiles*.

L'ISO 16373 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Textiles — Teintures* :

- *Partie 3 : Méthode de détermination de certains colorants extractibles cancérogènes (méthode à la triéthylamine et au méthanol)*
- *Partie 1 : Principes généraux d'essai des textiles colorés pour l'identification des colorants*, sous l'égide du VA CEN (CEN/TC 248/GT 26) – Étude préliminaire
- *Partie 2 : Méthode générale de détermination de certains colorants extractibles, notamment les colorants allergènes et cancérogènes*, sous l'égide du VA CEN (CEN/TC 248/GT 26)

## Introduction

Étant donné les préoccupations des consommateurs en matière d'hygiène et de sécurité, de nombreux pays ont introduit des réglementations concernant les colorants cancérigènes dans les articles textiles, en particulier en ce qui concerne leur utilisation par des enfants. Les méthodes d'essai de ces colorants cancérigènes utilisés dans les étoffes de textile n'ont pas été préparées au sein de l'Organisation internationale de normalisation (ISO). Pour venir à l'appui des réglementations dans le monde entier, le choix de la méthode d'essai permettant de respecter la réglementation revêt une importance cruciale à l'heure actuelle. La présente norme fournit, pour la première fois au sein de l'ISO, une méthode portant sur l'un de ces colorants cancérigènes.

La série ISO 16373 traite des colorants utilisés dans les textiles pour la qualification et la quantification.

- ISO 16373-1 : cette partie définit les classes de colorants et décrit certains modes opératoires permettant d'identifier qualitativement la classe du colorant utilisé dans la matière textile. Les autres parties de l'ISO 16373 portent sur la quantification de certains colorants.
- ISO 16373-2, *Textiles — Teintures — Partie 2 : Méthode générale de détermination de certains colorants extractibles, notamment les colorants allergènes et cancérigènes* : le principe de cette méthode d'essai repose sur l'extraction avec un mélange pyridine/eau, qui s'est révélé la solution la plus efficace pour extraire une large gamme de colorants, y compris des colorants allergènes et cancérigènes.
- ISO 16373-3, *Textiles — Teintures — Partie 3 : Méthode de détermination de certains colorants extractibles cancérigènes (méthode à la triéthylamine et au méthanol)* : le principe de cette méthode d'essai repose sur l'extraction avec une solution de triéthylamine et de méthanol. Cette solution a été jugée efficace pour extraire certains colorants, dans certains cas.

L'Annexe B, informative, de la Partie 1 fournit des informations complémentaires sur le taux de recouvrement (pour caractériser le rendement d'extraction) obtenu en appliquant la Partie 2 et la Partie 3.

Il est important de noter qu'il existe d'autres méthodes d'essai en rapport avec les colorants azoïques, pour lesquelles une réduction des colorants azoïques extraits conduit à la libération de certaines amines aromatiques qui sont détectées et déterminées par chromatographie (se reporter à la Bibliographie / Dosage des amines aromatiques).

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

Full standard:  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5658cdef-9990-4453-9983-8ff2cc78dada/iso-16373-3-2014>

# Textiles — Teintures — Partie 3: Méthode de détermination de certains colorants extractibles cancérigènes (méthode à la triéthylamine et au méthanol)

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détection et la détermination quantitative de la présence des colorants cancérigènes énumérés ci-dessous dans les produits textiles teints, imprimés ou revêtus, par analyse chromatographique de leurs extraits.

C.I. Rouge basique 9, n° CAS 569-61-9

C.I. Orange dispersé 11, n° CAS 82-28-0

C.I. Jaune dispersé 3, n° CAS 2832-40-8

C.I. Rouge acide 114, n° CAS 6459-9-5

C.I. Rouge acide 26, n° CAS 3761-53-3

C.I. Noir direct 38, n° CAS 1937-37-7

C.I. Rouge direct 28, n° CAS 573-58-0

## 2 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

### 2.1

#### **textile**

étoffe tissée, tricotée, etc., formée par l'entrelacement de fibres et de fils ayant une certaine cohésion et qui est généralement destinée à l'habillement ou à l'ameublement

NOTE 1 à l'article : La définition inclut souvent certains types de textiles non tissés.

### 2.2

#### **colorant cancérigène**

colorant classé comme une substance connue pour être ou suspectée d'être cancérigène ou allergène pour l'Homme

## 3 Principe

Le colorant d'une éprouvette colorée est extrait au moyen d'un solvant dans un bain à ultrasons, dans des conditions spécifiées. L'extrait est analysé par chromatographie liquide à haute performance et détecteur à barrettes de diodes (HPLC/DAD) ou spectromètre de masse (HPLC/MSD).

## 4 Mesures de sécurité

### 4.1 Généralités

**AVERTISSEMENT** — Les colorants dont il est question dans la présente norme sont classés comme des substances connues pour être ou suspectées d'être cancérogènes ou allergènes pour l'Homme.

### 4.2 Manipulation

La manipulation et la mise au rebut de ces substances doivent se faire en stricte conformité avec les réglementations d'hygiène et de sécurité nationales appropriées.

Il incombe à l'utilisateur d'utiliser des techniques sûres et adéquates pour manipuler les matériaux dans le cadre de cette méthode d'essai. Consulter les fabricants pour des détails spécifiques, notamment pour les fiches de données de sécurité des produits et autres recommandations.

Il convient de suivre les bonnes pratiques de laboratoire. Porter des lunettes de sécurité dans toutes les zones du laboratoire et un masque anti-poussières jetable pour manipuler les colorants en poudre.

Il convient que les utilisateurs se conforment aux réglementations nationales et locales de sécurité.

## 5 Appareillage

- 5.1 **Bain à ultrasons**, à chauffage contrôlable.
- 5.2 **Réfrigérant à serpent**, d'une dimension appropriée.
- 5.3 **Évaporateur rotatif sous vide** avec contrôle du vide et bain d'eau.
- 5.4 **Ballon à fond rond**, d'une dimension appropriée.
- 5.5 **Pipettes**, d'une dimension appropriée.
- 5.6 **Fiole jaugée**, de la dimension requise.
- 5.7 **Chromatographie liquide à haute performance**.

Système HPLC avec détecteur à barrettes de diodes (DAD) ou spectromètre de masse (MSD).

NOTE Se reporter à l'Annexe A pour plus d'informations sur l'équipement de chromatographie liquide à haute performance.

- 5.8 **Balance analytique**, avec une résolution de 0,001 g.



## 6 Réactifs

Sauf spécification contraire, des produits chimiques de qualité analytique doivent être utilisés.

### 6.1 Acétonitrile

### 6.2 Méthanol

### 6.3 Hexane

### 6.4 Solution de triéthylamine et de méthanol à 0,25 %

Ajouter 2,5 ml de triéthylamine à 1 l de méthanol.

### 6.5 Solution aqueuse d'acétate d'ammonium à 10 mmol/l

Ajouter 0,77 g d'acétate d'ammonium à 1 l d'eau.

### 6.6 Colorants cancérigènes

Utiliser uniquement des substances de la plus grande pureté disponibles sur le marché.

### 6.7 Solution étalon des colorants cancérigènes

Entre 1 mg et 10 mg de substance étalon de colorants cancérigènes sont pesés et placés dans la fiole jaugée de 10 ml, puis du méthanol est ajouté (solution étalon de 100 µg/ml à 1 000 µg/ml). La solution étalon peut être diluée de manière adéquate pour préparer 4 solutions de concentrations connues afin de tracer la courbe d'étalonnage. À titre d'exemple, la plage de concentration des solutions étalons pour la courbe d'étalonnage recommandée peut être la suivante : 1 µg/ml à 100 µg/ml.

## 7 Échantillonnage et préparation des éprouvettes

### 7.1 Généralités

L'éprouvette doit être choisie en fonction des critères suivants :

- parties de l'article textile ;
- nature des fibres composantes (composition des fibres) ;
- couleurs.

Préparer une éprouvette de 1,0 g maximum en découpant l'échantillon de laboratoire en petits morceaux de 1 cm<sup>2</sup> au maximum. Déterminer la masse de l'éprouvette à 0,01 g près et l'enregistrer en tant que  $m_E$  (voir 8.2).

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Extraction

#### 8.1.1 Nettoyage

Si nécessaire, éliminer l'huile, la graisse et autres matières grasses de la surface de l'éprouvette en lavant celle-ci avec 100 ml d'hexane (6.3) pendant 5 min dans un bain à ultrasons (5.1) à température ambiante.

Sortir l'éprouvette et l'essorer.

#### 8.1.2 Extraction du colorant

Placer 1,0 g de l'éprouvette dans un tube de 100 ml pouvant être fermé hermétiquement. Ajouter 100 ml de la solution de triéthylamine et de méthanol à 0,25 % (6.4) et fermer le tube. Chauffer le tube dans un bain à ultrasons jusqu'à atteindre une température de  $(50 \pm 2)$  °C et maintenir cette température pendant 3 h.

#### 8.1.3 Concentration de l'extrait et préparation de la solution pour analyse

Transférer l'extrait obtenu en 8.1.2 dans un ballon à fond rond de 200 ml (5.4) et le placer dans un évaporateur rotatif sous vide (5.3) dans le bain d'eau à  $(40 \pm 2)$  °C, jusqu'à ce que tout le liquide se soit évaporé.

Dissoudre le résidu dans une quantité suffisante de méthanol pour obtenir une solution de 1 ml. Filtrer la solution avec un filtre en PTFE de 0,45 µm. Si la mesure obtenue est supérieure à la plage étalonnée du chromatographe, diluer encore la solution avec du méthanol.

### 8.2 Détection et quantification des colorants cancérigènes

La détection des colorants cancérigènes est réalisée par analyse chromatographique avec l'appareillage décrit en 5.7. Une fois les colorants cancérigènes identifiés, la quantification est réalisée en utilisant la courbe d'étalonnage tracée avec plus de 4 points pour la solution étalon, la corrélation entre ces 4 points étant supérieure à 0,99 dans la plage de concentration de 1 µg/ml à 100 µg/ml. La quantification est effectuée avec la méthode HPLC/DAD. Lorsque de nombreuses substances étrangères sont détectées, la méthode HPLC/MSD est recommandée pour l'identification et la quantification.

La concentration du colorant cancérigène dans l'éprouvette est calculée par rapport à la masse de l'éprouvette  $w$ , en µg/g, à l'aide de la formule suivante :

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

où

$\rho_s$  est la concentration interpolée du colorant cancérigène, en µg/ml ;

$V$  est le volume de solution final obtenu selon 8.1.2, en ml ;

$m_E$  est la masse de l'éprouvette, en g.