

---

---

**Textiles - Colorants —**

**Partie 3:**

**Méthode de détermination de certains  
colorants cancérigènes (méthode à la  
triéthylamine et au méthanol)**

iTeh **STANDARD PREVIEW**

*Textiles — Dyestuffs —  
Part 3: Method for determination of certain carcinogenic dyestuffs  
(method using triethylamine/methanol)*

[ISO 16373-3:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5658cdecf-9f90-4453-9983-8ff2cc78dada/iso-16373-3-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5658cdecf-9f90-4453-9983-8ff2cc78dada/iso-16373-3-2014>



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

ISO 16373-3:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5658cddf-9f90-4453-9983-8ff2cc78dada/iso-16373-3-2014>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2014

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées 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)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Mesures de sécurité</b> .....	<b>2</b>
4.1    Généralités.....	2
4.2    Manipulation.....	2
<b>5</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>3</b>
<b>7</b> <b>Échantillonnage et préparation des éprouvettes</b> .....	<b>3</b>
7.1    Généralités.....	3
<b>8</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>3</b>
8.1    Extraction.....	3
8.2    Détection, identification et quantification des colorants cancérogènes.....	4
<b>9</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>4</b>
<b>Annexe A</b> (informative) <b>Analyse chromatographique</b> .....	<b>5</b>
<b>Annexe B</b> (informative) <b>Résultats des essais interlaboratoires</b> .....	<b>22</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>27</b>

ITC STANDARD PREVIEW  
 (standards.iteh.ai)  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5658cdcf-9f90-4453-9983-8ff2cc78dada/iso-16373-3-2014>

## 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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant:

Avant-propos — Informations supplémentaires.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 38.

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

- *Partie 1: Principes généraux des essais d'identification des colorants des textiles colorés*
- *Partie 2: Méthode générale de détermination des colorants extractibles, notamment les colorants allergènes et cancérigènes (méthode utilisant un mélange pyridine/eau)*
- *Partie 3: Méthode de détermination de certains colorants cancérigènes (méthode en utilisant la triéthylamine/méthanol)*

## Introduction

En raison des 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. Pour venir à l'appui des réglementations internationales et nationales, le développement d'une méthode d'essai est très important et c'est justement l'objet de la présente partie de l'ISO 16373.

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

- L'ISO 16373-1<sup>1)</sup> 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.
- Dans l'ISO 16373-2, le principe de la 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.
- Dans la présente partie de l'ISO 16373, le principe de la 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 de l'ISO 16373-1:— fournit des informations complémentaires sur le taux de recouvrement (pour caractériser le rendement d'extraction) obtenu en appliquant l'ISO 16373-2 et la présente partie de l'ISO 16373.

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.<sup>[6][7]</sup>

ISO 16373-3:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5658cdc9-9f90-4453-9983-8ff2cc78dada/iso-16373-3-2014>

---

1) A publier.

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

[ISO 16373-3:2014](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5658cdf-9f90-4453-9983-8ff2cc78dada/iso-16373-3-2014>

## Textiles - Colorants —

### Partie 3:

# Méthode de détermination de certains colorants cancérigènes (méthode à la triéthylamine et au méthanol)

## 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 16373 spécifie une méthode pour la détection et la détermination quantitative de la présence des colorants cancérigènes répertoriés dans le [Tableau 1](#) dans les produits textiles teints, imprimés ou revêtus, par analyse chromatographique de leurs extraits.

## 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: Les textiles incluent souvent certains types d'étoffes en nontissés.

### 2.2

#### colorant cancérigène

substance libérant un colorant qui est une substance connue pour être ou suspectée d'être cancérigène 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 par chromatographie liquide à haute performance et spectromètre de masse (HPLC/MSD).

Les colorants cancérigènes sont répertoriés dans le [Tableau 1](#).

**Tableau 1 — Liste des colorants cancérigènes**

Nom C.I.	Numéro CAS	Numéro C.I.
C.I. Rouge basique 9	569-61-9	42500
C.I. Orange dispersé 11	82-28-0	60700
C.I. Jaune dispersé 3	2832-40-8	11855
C.I. Rouge acide 114	6459-94-5	23635
C.I. Rouge acide 26	3761-53-3	16150
C.I. Noir direct 38	1937-37-7	30235
C.I. Rouge direct 28	573-58-0	22120
C.I. Bleu dispersé 1	2475-45-8	64500

Tableau 1 (suite)

Nom C.I.	Numéro CAS	Numéro C.I.
C.I. Violet basique 14	632-99-5	42510
C.I. Bleu direct 6	2602-46-2	22610
C.I. Brun direct 95	16071-86-6	30145

## 4 Mesures de sécurité

### 4.1 Généralités

**AVERTISSEMENT** — Les colorants dont il est question dans la présente partie de l'ISO 16373 sont classés comme des substances connues pour être ou suspectées d'être cancérogènes pour l'Homme.

### 4.2 Manipulation

Il incombe à l'utilisateur de s'assurer que la manipulation et la mise au rebut de ces substances se font 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.

[ISO 16373-3:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5658cdc9-9f90-4453-9983-8ff2cc78dada/iso-16373-3-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5658cdc9-9f90-4453-9983-8ff2cc78dada/iso-16373-3-2014>

## 5 Appareillage

**5.1 Bain à ultrasons**, pouvant chauffer et maintenir la température à  $(50 \pm 5)$  °C et ayant une puissance de sortie de 40 W, une fréquence d'oscillation de 42 kHz, ou équivalent.

**5.2 Réfrigérant à serpent**, pour les essais chimiques.

**5.3 Évaporateur rotatif sous vide**, pouvant fonctionner à la capacité d'évaporation de l'eau à 25 ml/min au maximum, ou équivalent.

**5.4 Ballon à fond rond**, d'une contenance de 200 ml.

**5.5 Pipettes**, de 1 ml et 10 ml.

**5.6 Fiole jaugée**, d'une contenance de 10 ml, 100 ml et 1 l.

**5.7 Système de chromatographie liquide à haute performance (HPLC) et détecteur à barrettes de diodes (DAD) ou spectromètre de masse (MSD).**

**5.8 Tube à essai**, d'une contenance de 100 ml, avec bouchon en silicone.

NOTE Pour plus d'informations sur l'équipement de chromatographie liquide à haute performance, se reporter à l'[Annexe A](#).

**5.9 Balance analytique**, ayant une résolution de 0,001 g.



## 6 Réactifs

Sauf spécification contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

### 6.1 Acétonitrile.

### 6.2 Méthanol.

### 6.3 Hexane.

**6.4 Solution de triéthylamine et de méthanol à 0,25 %:** dissoudre 2,5 ml de triéthylamine dans du méthanol et compléter jusqu'au volume de 1 l.

**6.5 Solution aqueuse d'acétate d'ammonium à 10 mmol/l:** dissoudre 0,77 g d'acétate d'ammonium dans de l'eau et compléter jusqu'au volume de 1 l.

**6.6 Colorants cancérigènes.** Utiliser uniquement des colorants cancérigènes de qualité pour réactif de la plus grande pureté disponible sur le marché, ou des colorants fabriqués en Europe sous environnement contrôlé, sous le contrôle de l'UE pour créer des colorants normalisés.

### 6.7 Solution étalon des colorants cancérigènes.

Une quantité de chaque colorant cancérigène, allant de 1 mg à 10 mg, est pesée avec précision et est transférée quantitativement dans une fiole jaugée de 10 ml, puis elle est complétée au volume avec du méthanol (6.2) pour préparer une solution étalon de 100 µg/ml à 1 000 µg/ml.

La solution étalon peut être diluée de manière adéquate et quatre solutions de concentrations connues peuvent être préparées afin de tracer la courbe d'étalonnage. À titre d'exemple, la plage de concentration des solutions étalons pour la courbe d'étalonnage recommandée est 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 (composition des fibres);
- couleurs.

Préparer une éprouvette de 1,0 g maximum ( $\leq 1,0$  g) 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 à essai de 100 ml. Ajouter 100 ml de la solution de triéthylamine et de méthanol à 0,25 % (6.4) et fermer le tube à essai avec un bouchon en silicone. 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 1 ml de méthanol. 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 la solution avec du méthanol.

## 8.2 Détection, identification 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 en comparant leurs pics avec ceux de colorants cancérigènes de référence, la quantification est réalisée en utilisant une courbe d'étalonnage tracée avec un minimum de quatre points obtenus par analyse HPLC de la solution étalon (6.7). Il convient que le coefficient de corrélation de la courbe linéaire soit de 0,99 dans la plage de concentration de 1 µg/ml à 100 µg/ml. La quantification est effectuée avec la méthode HPLC/DAD. Lorsqu'une grande quantité de substances inconnues est détectée, la méthode HPLC/MSD est recommandée pour l'identification et la quantification.

ISO 16373-3:2014

La concentration du colorant cancérigène dans l'éprouvette est calculée par rapport à la fraction massique de l'éprouvette,  $w$  (µg/g), à l'aide de la Formule (1):

$$w = \frac{\rho_s \times V}{m_E} \quad (1)$$

où

$\rho_s$  est la concentration interpolée du colorant cancérigène, en microgrammes par millilitre (µg/ml);

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

$m_E$  est la masse de l'éprouvette, en millilitres (ml).

## 9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comporter les informations suivantes:

- une référence à la présente partie de l'ISO 16373, c'est-à-dire ISO 16373-3;
- le type, l'origine et la désignation de l'éprouvette (éprouvette partielle, le cas échéant);
- la méthode de détection et la méthode de quantification;
- les résultats consignés comme concentration et limite de détection pour chaque colorant cancérigène (µg/g);
- tout écart par rapport au mode opératoire.

## Annexe A (informative)

### Analyse chromatographique

#### A.1 Analyse chromatographique — Généralités

Étant donné que l'équipement en matériel des laboratoires peut varier, aucune instruction applicable de façon générale ne peut être fournie pour l'analyse chromatographique. Les paramètres suivants ont été essayés et utilisés avec succès. Voir les [Figures A.1 à A.14](#) et le [Tableau A.1](#).

#### A.2 Chromatographie liquide à haute performance et détecteur à barrettes de diodes (HPLC/DAD)

Voir le [Tableau A.1](#).

**Tableau A.1 — Conditions de HPLC/DAD**

Éluant 1:	Acétate d'ammonium à 10 mmol/l
Éluant 2:	Acétonitrile
Colonne:	Inertsil ODS-3, 150 mm × 3,0 mm, 5 µm
Débit:	0,8 ml/min
Gradient:	Temps (min)      Concentration de l'éluant 2
Programmation du temps:	Début 5 %
	30      60 %
	40      60 %
	40,1    5 %
	50      5 %
Température de colonne:	45 °C
Volume d'injection:	5,0 µl
Détection:	DAD
Quantification:	540 nm (pour le Rouge basique 9) 480 nm (pour l'Orange dispersé 11) 350 nm (pour le Jaune dispersé 3) 510 nm (pour le Rouge acide 114) 510 nm (pour le Rouge acide 26) 600 nm (pour le Noir direct 38) 500 nm (pour le Rouge direct 28)
Remarque:	D'autres colonnes de qualité équivalente peuvent être utilisées.

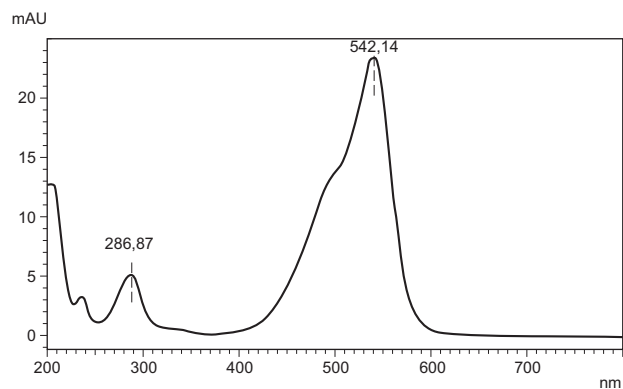


Figure A.1 — Spectre UV du Rouge basique 9

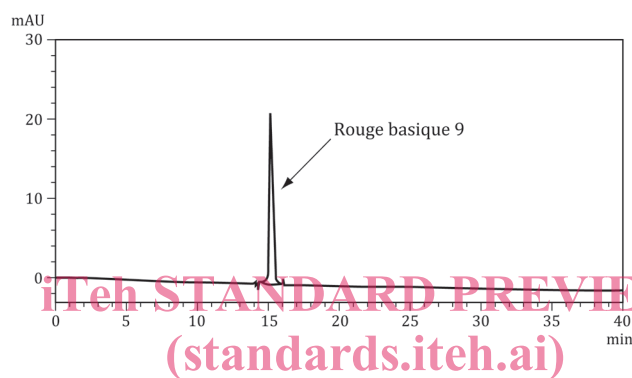


Figure A.2 — Chromatogramme HPLC/DAD avec détection à 540 nm

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/5658cdc9-9f90-4453-9983-8ff2cc78dada/iso-16373-3-2014>

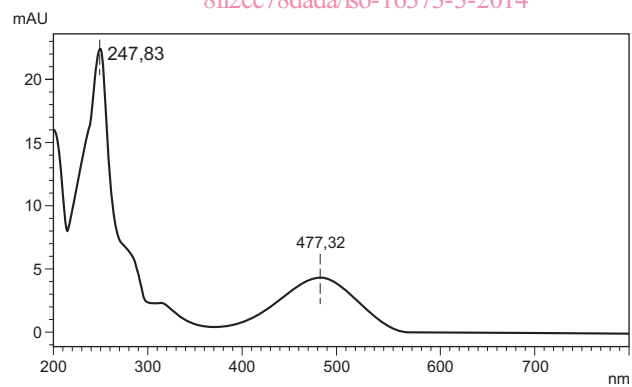


Figure A.3 — Spectre UV de l'Orange dispersé 11