
Textiles — Colorants —

Partie 2:

**Méthode générale de détermination
des colorants extractibles,
notamment les colorants allergènes
et cancérigènes (méthode utilisant un
mélange pyridine/eau)**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Textiles — Dyestuffs —

*Part 2: General method for the determination of extractable dyestuffs
including allergenic and carcinogenic dyestuffs (method using
pyridine-water)*



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16373-2:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/261f6ad1-3832-4f25-aaf7-08e44d8f7c57/iso-16373-2-2014>



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
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Mesures de sécurité	1
6 Réactifs	2
7 Appareillage	2
7.1 Appareillage et accessoires pour la préparation des échantillons.....	2
7.2 Matériel de chromatographie (choisi dans la liste suivante).....	3
8 Mode opératoire	3
8.1 Préparation de l'éprouvette.....	3
8.2 Extraction.....	3
8.3 Détection et quantification des colorants.....	4
8.4 Étalonnage.....	4
9 Calcul et expression des résultats	4
10 Rapport d'essai	4
Annexe A (normative) Liste des colorants cancérigènes	5
Annexe B (normative) Liste des colorants allergènes et autres	6
Annexe C (normative) Calcul	7
Annexe D (informative) Exemples de méthodes chromatographiques	8
Annexe E (informative) Fiabilité de la méthode	18
Annexe F (informative) Extraction multiple de plusieurs fibres textiles avec un mélange pyridine/eau	19
Bibliographie	22

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 procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/CEI, 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/CEI, Partie 2 (voir 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).

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.
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/26116ad1-3852-4f25-aaf7-08e44d8f7c57/iso-16373-2-2014>

L'ISO 16373-2 a été élaborée par le comité technique CEN/TC 248, *Textiles et produits textiles*, du Comité européen de normalisation (CEN), en collaboration avec le comité technique ISO/TC 38, *Textiles*, conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

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

- *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 à la triéthylamine et au méthanol)*

La partie suivante est en cours d'élaboration:

- *Partie 1: Principes généraux des essais d'identification des colorants des textiles colorés*

Introduction

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

L'ISO 16373-1 définit les classes de colorants et décrira 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 la présente partie de l'ISO 16373, le principe de la méthode d'essai repose sur l'extraction avec un mélange pyridine/eau, qui s'est révélée la solution la plus efficace pour extraire une large gamme de colorants, y compris des colorants allergènes et cancérigènes.

Dans l'ISO 16373-3, 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'ISO 16373-1 fournira des informations complémentaires sur le taux de recouvrement (pour caractériser le rendement d'extraction) obtenu en appliquant l'ISO 16373-3 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.

Le pourcentage de récupération avec la méthode décrite dans la présente partie de l'ISO 16373 est indiqué dans l'[Annexe F](#) pour les classes de colorants (à définir dans l'ISO 16373-1) acides, basiques, directs, dispersés, avec solvant et «à mordant» sur différentes fibres textiles.

ISO 16373-2:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/261f6ad1-3832-4f25-aaf7-08e44d8f7c57/iso-16373-2-2014>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 16373-2:2014](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/261f6ad1-3832-4f25-aaf7-08e44d8f7c57/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)

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 16373 spécifie les analyses servant à détecter les colorants extractibles dans les produits textiles, l'extraction étant effectuée avec un mélange de pyridine/eau (1:1) pour tous les types de fibres et de colorants. Elle répertorie (voir les [Annexes A](#) et [B](#)) les colorants allergènes et cancérigènes pouvant être analysés avec cette méthode; ces listes de colorants ne sont pas exhaustives.

2 Références normatives

Les documents suivants, en totalité ou en partie, sont référencés de façon normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/261f6ad1-3832-4f25-aaf7-08e44d8f7c57/iso-16373-2-2014>

3 Termes et définitions

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

3.1

colorant allergène

colorant pouvant causer une réaction allergique cutanée

3.2

colorant cancérigène

colorant classé comme substance cancérigène

Note 1 à l'article: Classification harmonisée selon le *Système général harmonisé de classification et d'étiquetage des produits chimiques (SGH)*^[2] (incorporé dans le Règlement UE n° 1272/2008 (CLP)^[3]).

4 Principe

Une éprouvette colorée est choisie dans l'article textile et extraite avec un mélange pyridine/eau à 100 °C. L'extrait est analysé par chromatographie en phase liquide/détecteur à barrettes de diodes (LC/DAD) et/ou par chromatographie en phase liquide/spectrométrie de masse (LC/MS).

5 Mesures de sécurité

AVERTISSEMENT — Les substances répertoriées dans les [Tableaux A.1](#), [B.1](#) et [B.2](#) sont classées dans la catégorie des substances connues pour être ou suspectées d'être allergènes ou cancérigènes pour l'Homme.

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.

L'attention est attirée sur les réglementations nationales et locales de sécurité.

6 Réactifs

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

6.1 Pyridine.

6.2 Acétonitrile, de qualité chromatographique.

6.3 Acétate d'ammonium.

6.4 Dihydrogénophosphate de tétrabutylammonium.

6.5 Eau déionisée, de qualité 3 conformément à l'ISO 3696.

6.6 Mélange pyridine/eau (1:1), préparé en mélangeant 500 ml de pyridine (6.1) et 500 ml d'eau (6.5).

Conserver la solution dans un flacon en verre brun.

6.7 Solutions mères individuelles, préparées dans un mélange pyridine/eau (1:1), de toutes les substances de référence répertoriées dans les [Annexes A](#) et [B](#).

Il est recommandé d'utiliser des substances de référence (notamment celles répertoriées dans les [Annexes A](#) et [B](#)) de la plus grande pureté disponible sur le marché. La pureté est à prendre en compte pour le calcul (voir l'[Article 9](#)).

7 Appareillage

7.1 Appareillage et accessoires pour la préparation des échantillons

7.1.1 Matériel courant de laboratoire.

7.1.2 Balance analytique, avec une résolution de 0,01 g.

7.1.3 Flacons en verre (de 20 ml à 40 ml), avec bouchon étanche.

7.1.4 Source de chauffage produisant de la chaleur à une température de $(100 \pm 2) ^\circ\text{C}$ (bloc thermique ou four à sable de laboratoire, contrôlable).

7.1.5 Flacons en verre pour passeur automatique, avec bouchon étanche.

7.1.6 Élément thermosensible.

7.2 Matériel de chromatographie (choisi dans la liste suivante)

7.2.1 Matériel de LC/DAD

- Chromatographe en phase liquide haute performance (HPLC);
- détecteur DAD;
- colonne de séparation;
- colonne de garde.

7.2.2 Matériel de LC/MS

- Chromatographe en phase liquide haute performance (HPLC);
- source d'ionisation par électronébulisation;
- détecteur MS;
- colonne de séparation;
- colonne de garde.

iTeh STANDARD PREVIEW

8 Mode opératoire (standards.iteh.ai)

8.1 Préparation de l'éprouvette ISO 16373-2:2014

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 cm² au maximum. Déterminer la masse de l'éprouvette à 0,01 g près et l'enregistrer en tant que m_E (voir 8.2).

8.2 Extraction

Ajouter 7,5 ml de mélange pyridine/eau (1:1) (6.6) à l'éprouvette et boucher hermétiquement le flacon. Chauffer le flacon dans la source de chauffage jusqu'à ce que le solvant atteigne une température de (100 ± 2) °C, et maintenir cette température pendant (35 ± 5) min.

Vérifier le temps mis par le solvant pour atteindre la température requise en utilisant un flacon en verre (voir 8.1) contenant 7,5 ml de mélange pyridine/eau (1:1)(6.6), avec un élément thermosensible (7.1.6), plongé dans le solvant et scellé par un septum.

Laisser refroidir le flacon à 40 °C ou moins avant de l'ouvrir.

Transférer environ 1 ml de liquide (d'essai) du flacon dans un plus petit flacon en vue de l'analyse.

NOTE Cette étape peut se faire en introduisant une seringue dans le septum fermé afin de réduire au maximum le contact avec la pyridine.

8.3 Détection et quantification des colorants

La détection des colorants peut être réalisée au moyen des techniques chromatographiques spécifiées ci-dessus (7.2). Si d'autres techniques d'analyse sont employées, ceci doit être indiqué dans le rapport.

La quantification des colorants est réalisée par HPLC/DAD/MS.

NOTE Certains colorants peuvent être quantifiés par HPLC/DAD.

8.4 Étalonnage

Pour l'étalonnage, les étalons mixtes des substances de référence répertoriées dans le [Tableau A.1](#) (et respectivement dans les [Tableaux B.1](#) et [B.2](#)) sont préparés dans un mélange pyridine/eau (1:1). Les solutions mères sont utilisées pour préparer des étalons mixtes ayant des concentrations de 1 mg/l, 5 mg/l, 10 mg/l et 20 mg/l de colorant.

9 Calcul et expression des résultats

Les quantités de colorant sont généralement calculées au moyen d'un programme informatique. Le calcul peut être effectué manuellement, comme décrit à l'[Annexe C](#).

Les quantités de colorant sont exprimées en milligrammes de colorant par kilogramme de textile (mg/kg).

Si la quantité détectée pour un colorant est supérieure à 100 mg/kg, il faut en conclure que ce colorant a été utilisé – voir la liste des colorants répertoriés dans le [Tableau A.1](#), [B.1](#) ou [B.2](#).

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit faire référence à cette méthode et mentionner au moins les détails suivants:

- a) la référence à la présente partie de l'ISO 16373, c'est-à-dire l'ISO 16373-2;
- b) toutes les informations nécessaires à l'identification de l'éprouvette;
- c) la date de réception de l'échantillon et la date d'analyse;
- d) le mode opératoire d'échantillonnage;
- e) la méthode de détection et la méthode de quantification;
- f) les résultats consignés comme étant une limite de concentration et de détection par colorant, en mg/kg;
- g) tout écart par rapport au mode opératoire indiqué.

Annexe A (normative)

Liste des colorants cancérigènes

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

Tableau A.1 — Colorants cancérigènes de référence

Numéro ^a	Colorant cancérigène ^b	Numéro C.I. ^c	Numéro CAS	Formule moléculaire
1	Bleu dispersé 1	64500	2475-45-8	C ₁₄ H ₁₂ N ₄ O ₂
2	Solvant jaune 1 4-aminoazobenzène	11000	60-09-4	C ₁₂ H ₁₁ N ₃
3	Solvant jaune 2	11020	60-11-7	C ₁₄ H ₁₅ N ₃
4	Solvant jaune 3 o-aminoazotoluène	11160	97-56-3	C ₁₄ H ₁₅ N ₃
5	Rouge basique 9	42500	569-61-9	C ₁₉ H ₁₇ N ₃ HCl
6	Violet basique 14	42500	632-99-5	C ₂₀ H ₁₉ N ₃ HCl
7	Jaune dispersé 3	11855	2832-40-8	C ₁₅ H ₁₅ O ₂ N ₃
8	Rouge acide 26	16150	3761-53-3	C ₁₈ H ₁₄ N ₂ Na ₂ O ₇ S ₂
9	Noir direct 38	30235	1937-37-1	C ₃₄ H ₂₅ N ₉ Na ₂ O ₇ S ₂
10	Bleu direct 6	22610	2602-46-2	C ₃₂ H ₂₄ N ₆ O ₁₄ S ₄ Na ₄
11	Rouge direct 28	22120	573-58-0	C ₃₂ H ₂₂ N ₆ Na ₂ O ₆ S ₂
12	Orange dispersé 11	60700	82-28-0	C ₁₅ H ₁₁ NO ₂
13	Rouge acide 114	23635	6459-9-5	C ₃₇ H ₂₈ N ₄ Na ₂ O ₁₀ S ₃

^a Numérotation utilisée dans les [Tableaux D.1, D.4 et D.5](#).

^b Classification selon le SGH^[2] (et pour le CLP^[3]).

^c Numéro de Colour Index^[4].

Annexe B (normative)

Liste des colorants allergènes et autres

Voir les [Tableaux B.1](#) et [B.2](#).

NOTE Il n'a pas été vérifié cliniquement que tous les colorants du [Tableau B.1](#) sont allergènes.

Tableau B.1 — Colorants dispersés de référence

Numéro ^a	Colorant allergène	Numéro C.I.	Numéro CAS	Formule moléculaire
A1	Bleu dispersé 1	64500	2475-45-8	C ₁₄ H ₁₂ N ₄ O ₂
A2	Bleu dispersé 3	61505	2475-46-9	C ₁₇ H ₁₆ N ₂ O ₃
A3	Bleu dispersé 7	62500	3179-90-6	C ₁₈ H ₁₈ N ₂ O ₆
A4	Bleu dispersé 26	63305	3860-63-7	C ₁₆ H ₁₄ N ₂ O ₄
A5	Bleu dispersé 35	—	56524-77-7	C ₁₅ H ₁₂ N ₂ O ₄
A6		—	56524-76-6	C ₁₆ H ₁₄ N ₂ O ₄
A7	Bleu dispersé 102	11945	12222-97-8	C ₁₅ H ₁₉ N ₅ O ₄ S
A8	Bleu dispersé 106	11935	12223-01-7	C ₁₄ H ₁₇ N ₅ O ₃ S
A9	Bleu dispersé 124	11938	61951-51-7	C ₁₆ H ₁₉ N ₅ O ₄ S
A10	Marron dispersé 1	11152	23355-64-8	C ₁₆ H ₁₅ N ₄ O ₄ Cl ₃
A11	Orange dispersé 1	11080	2581-69-3	C ₁₈ H ₁₄ N ₄ O ₂
A12	Orange dispersé 3	11005	730-40-5	C ₁₂ H ₁₀ N ₄ O ₂
A13	Orange dispersé 37/76/59	11132	13301-61-6	C ₁₇ H ₁₅ N ₅ O ₂ Cl ₂
A14	Rouge dispersé 1	11110	2872-52-8	C ₁₆ H ₁₈ N ₄ O ₃
A15	Rouge dispersé 11	62015	2872-48-2	C ₁₅ H ₁₂ N ₂ O ₃
A16	Rouge dispersé 17	11210	3179-89-3	C ₁₇ H ₂₀ N ₄ O ₄
A17	Jaune dispersé 1	10345	119-15-3	C ₁₂ H ₉ N ₃ O ₅
A18	Jaune dispersé 3	11855	2832-40-8	C ₁₅ H ₁₅ N ₃ O ₂
A19	Jaune dispersé 9	10375	6373-73-5	C ₁₂ H ₁₀ N ₄ O ₄
A20	Jaune dispersé 39	480095	12236-29-2	C ₁₇ H ₁₆ N ₂ O
A21	Jaune dispersé 49	—	54824-37-2	C ₂₂ H ₂₂ N ₄ O ₂

^a Numérotation utilisée dans les [Tableaux D.2](#) et [D.3](#).

Tableau B.2 — Autres colorants de référence

Numéro ^a	Autre colorant	Numéro C.I.	Numéro CAS	Formule moléculaire
O1	Jaune dispersé 23	26070	6250-22-3	C ₁₈ H ₁₄ N ₄ O
O2	Orange dispersé 149	—	85136-74-9	C ₂₅ H ₂₆ N ₆ O ₃
O3	Bleu marine 018112	—	118685-33-9	C ₃₉ H ₂₃ ClCrN ₇ O ₁₂ S Na ₂
		—	—	C ₄₆ H ₃₀ CrN ₁₀ O ₂₀ S ₂ Na ₃
O4	Orange dispersé 61	111355	55281-26-0	C ₁₇ H ₁₅ Br ₂ N ₅ O ₂

^a Numérotation utilisée dans les [Tableaux D.2](#) et [D.3](#).