
**Cuir — Essais chimiques — Dosage de
certains colorants azoïques dans les
cuirs teints**

*Leather — Chemical tests — Determination of certain azo colourants in
dyed leathers*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 17234:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd46e589-b48f-4b5f-a406-8da61b97591e/iso-ts-17234-2003)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd46e589-b48f-4b5f-a406-
8da61b97591e/iso-ts-17234-2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd46e589-b48f-4b5f-a406-8da61b97591e/iso-ts-17234-2003)



Numéro de référence
ISO/TS 17234:2003(F)
IULTCS/IUC 20

PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 17234:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd46e589-b48f-4b5f-a406-8da61b97591e/iso-ts-17234-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd46e589-b48f-4b5f-a406-8da61b97591e/iso-ts-17234-2003>

© ISO 2003

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du 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
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Équipements et fournitures spéciales	2
6 Produits chimiques	3
7 Échantillonnage et préparation des échantillons	4
8 Mode opératoire	4
9 Étalonnage	5
10 Analyses chromatographiques	5
11 Évaluation	6
12 Rapport d'analyse	7
13 Fidélité de la méthode	7

[ISO/TS 17234:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd46e589-b48f-4b5f-a406-8da61b97591e/iso-ts-17234-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd46e589-b48f-4b5f-a406-8da61b97591e/iso-ts-17234-2003>

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.

Dans d'autres circonstances, en particulier lorsqu'il existe une demande urgente du marché, un comité technique peut décider de publier d'autres types de documents normatifs:

- une Spécification publiquement disponible ISO (ISO/PAS) représente un accord entre les experts dans un groupe de travail ISO et est acceptée pour publication si elle est approuvée par plus de 50 % des membres votants du comité dont relève le groupe de travail;
- une Spécification technique ISO (ISO/TS) représente un accord entre les membres d'un comité technique et est acceptée pour publication si elle est approuvée par 2/3 des membres votants du comité.

Une ISO/PAS ou ISO/TS fait l'objet d'un examen après trois ans afin de décider si elle est confirmée pour trois nouvelles années, révisée pour devenir une Norme internationale, ou annulée. Lorsqu'une ISO/PAS ou ISO/TS a été confirmée, elle fait l'objet d'un nouvel examen après trois ans qui décidera soit de sa transformation en Norme internationale soit de son annulation.

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/TS 17234 a été élaborée par la Commission des essais chimiques de l'Union internationale des sociétés de techniciens et chimistes du cuir (commission IUC, IULTCS) en collaboration avec le comité technique du Comité européen de normalisation (CEN) CEN/TC 289, Cuir, dont le secrétariat est tenu par l'UNI, conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne). Cette méthode est techniquement similaire à la méthode de l'IUC 20 qui a été déclarée méthode officielle à la réunion des délégués de l'IULTCS le 31 mai 2003 à Cancun, Mexique. Le texte de cette édition est légèrement différent de celui de l'IUC 20.

Cuir — Essais chimiques — Dosage de certains colorants azoïques dans les cuirs teints

1 Domaine d'application

La présente Spécification technique spécifie une méthode permettant de déterminer l'aptitude à l'emploi de certains colorants azoïques qui peuvent libérer certaines amines aromatiques.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. 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 2418:2002, *Cuir — Essais chimiques, physiques, mécaniques et de solidité — Emplacement de l'échantillonnage*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 4044:1977, *Cuir — Préparation des échantillons pour essais chimiques*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd46e589-b48f-4b5f-a406-8da61b97591e/iso-ts-17234-2003>

3 Termes et définitions

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

3.1

certains colorants azoïques

colorants qui, par coupure de leur(s) liaison(s) azoïque(s), peuvent former les amines dont la liste figure ci-dessous

Compte tenu de l'état actuel des connaissances scientifiques, il est reconnu que malgré l'interdiction l'on continue à utiliser dans la fabrication ou le traitement des cuirs des colorants azoïques qui, par coupure de leur liaison azoïque dans les conditions de la présente méthode (voir 8.2), forment dans les cuirs colorés l'une des amines suivantes dont la teneur peut dépasser 30 mg/kg.

- | | |
|--------------------------------|---------------------|
| 1) 4-Aminodiphényle | (N° CAS : 92-67-1) |
| 2) Benzidine | (N° CAS : 92-87-5) |
| 3) 4-Chlorotoluidine | (N° CAS : 95-69-2) |
| 4) 2-Naphthylamine | (N° CAS : 91-59-8) |
| 5) 4-Chloroaniline | (N° CAS : 106-47-8) |
| 6) 2,4-Diaminoanisole | (N° CAS : 615-05-4) |
| 7) 4,4'-Diaminodiphénylméthane | (N° CAS : 101-77-9) |

8) 3,3'-Dichlorobenzidine	(N° CAS : 91-94-1)
9) 3,3'-Diméthoxybenzidine	(N° CAS : 119-90-4)
10) 3,3'-Diméthylbenzidine	(N° CAS : 119-93-7)
11) 3,3'-Diméthyl-4,4'-diaminodiphénylméthane	(N° CAS : 838-88-0)
12) 4-Crésidine	(N° CAS : 120-71-8)
13) 4,4'-Méthylène-bis-(2-chloroaniline)	(N° CAS : 101-14-4)
14) 4,4'-Oxydianiline	(N° CAS : 101-80-4)
15) 4,4'-Thiodianiline	(N° CAS : 139-65-1)
16) 2-Toluidine	(N° CAS : 95-53-4)
17) 2,4-Diaminotoluène	(N° CAS : 95-80-7)
18) 2,4,5-Triméthylaniline	(N° CAS : 137-17-7)

Note CAS = Chemical Abstract Service.

Conformément à la présente méthode, les colorants azoïques qui, par coupure de leur liaison azoïque, forment les amines 2-aminoazotoluène (N° CAS : 97-56-3) et 2-amino-4-nitrotoluène (N° CAS : 99-55-8), sont détectés par l'intermédiaire des amines 2-toluidine et/ou 2,4-diaminotoluène.

(standards.iteh.ai)

4 Principe

ISO/TS 17234:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd46e589-b48f-4b5f-a406->

Traitement de l'échantillon de cuir, une fois dégraissé, par une solution aqueuse tamponnée de dithionite de sodium (pH 6) à 70 °C dans un vase clos. Transfert des amines libérées pendant le processus de coupure par réduction en phase éther *tert*-butylméthylque par extraction liquide/liquide en utilisant des colonnes remplies de kieselgur. Concentration de l'extrait d'éther *tert*-butylméthylque dans des conditions ménagées à l'aide d'un évaporateur rotatif sous vide et mise en solution du résidu dans un solvant approprié, fonction de la méthode utilisée pour doser les amines.

Dosage des amines par chromatographie en phase liquide haute performance avec un détecteur à barrette de diodes (CLHP-UV), chromatographie sur couche mince associée à une quantification par densitométrie, chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire avec détecteur à ionisation de flamme et/ou détecteur de masse (CG/FID et/ou SM) ou par électrophorèse capillaire avec détecteur à barrette de diodes (EC/UV).

Les amines doivent être identifiées au moyen d'au moins deux méthodes de séparation chromatographique différentes pour éviter les erreurs d'interprétation causées par les interférences possibles (telles que les isomères de position des amines à identifier) et donc des déclarations incorrectes. La quantification des amines est effectuée par chromatographie en phase liquide haute performance avec détecteur à barrette de diodes.

5 Équipements et fournitures spéciales

- 5.1 Flacon de réaction approprié en verre résistant à la chaleur et bouchon étanche.
- 5.2 Enceinte thermique à bain de sable (sable marin 0,1 mm-0,3 mm) ou bain d'eau avec thermostat.
- 5.3 Thermomètre, précision 0,5 °C à 70 °C.

5.4 Fliales jaugées de différents volumes.

5.5 Colonne en polypropylène ou en verre de 25 mm à 30 mm de diamètre intérieur et de 140 mm à 150 mm de longueur, équipée d'un filtre en verre en sortie et remplie de kieselgur poreux en granulés [par exemple Extralut NT20, colonnes préremplies (Merck Art. N° 11 737)].

5.6 Seringue en polypropylène ou en polyéthylène, 2 ml.

5.7 Évaporateur rotatif sous vide.

5.8 Pipettes, 10 ml, 5 ml, 2 ml, 1 ml.

5.9 Bain à ultrasons avec thermostats.

5.10 Ballon rond de 100 ml à col rodé standard NS 29132.

5.11 Appareillage d'analyse :

- applicateur automatique pour chromatographie sur couche mince ou DC ;
- densitomètre ;
- appareil d'électrophorèse capillaire avec détecteur à barrette de diodes ;
- appareil de chromatographie à colonne capillaire, injecteur à fente ou sans fente, de préférence avec spectromètre de masse ;
- appareil de chromatographie en phase liquide avec pompe à gradient, de préférence avec barrette de diodes ou spectromètre de masse.

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 17234:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd46e589-b48f-4b5f-a406-8da61b97591e/iso-ts-17234-2003)

6 Produits chimiques

Sauf spécification contraire, utiliser des produits chimiques de qualité analytique reconnue.

6.1 Méthanol.

6.2 Éther *t*-butylméthylique.

6.3 Dithionite de sodium, pureté minimale 87 %.

6.4 Dithionite de sodium en solution aqueuse $c = 200$ mg/ml, préparée quotidiennement.

6.5 Hexane normal.

6.6 Amines 1 à 18 suivant le n° 2 du mode opératoire (niveau de pureté maximal disponible).

6.7 Solution mère des amines de 6.6 : 400 mg/l dans de l'acétate d'éthyle pour DC.

6.8 Solution mère des amines de 6.6 : 200 mg/l dans du méthanol pour CG, CLHP, EC.

6.9 Solution tampon de citrate, 0,06 M, pH 6 (par exemple Merck Art. n° 1.09437.1 000), préchauffée à 70 °C.

6.10 Solution étalon pour le contrôle du processus aminé : 30 µg d'amine /ml de solvant.

6.11 NaOH méthanolique à 20 %, 20 g de NaOH dissous dans 100 ml de méthanol.

6.12 Eau de qualité 3 conformément à l'ISO 3696.

7 Échantillonnage et préparation des échantillons

Prélever si possible un échantillon conformément à l'ISO 2418 et broyer le cuir conformément à l'ISO 4044:1977. Si l'échantillonnage conformément à l'ISO 2418 n'est pas possible (par exemple cuirs de produits finis comme les chaussures, les vêtements), ajouter les informations relatives au prélèvement des échantillons dans le rapport d'essai.

Pour l'analyse, peser un échantillon représentatif de 1,0 g de ce mélange dans le flacon de réaction (5.1). Éliminer si nécessaire par voie mécanique toutes les traces de colle.

8 Mode opératoire

8.1 Dégraissage

Traiter 1 g d'échantillon de cuir dans un vase clos de 50 ml (5.1) contenant 20 ml d'hexane dans un bain à ultrasons (5.9) à 40 °C pendant 20 min. Laisser décanter la couche d'hexane imprégnant l'échantillon de cuir. Immédiatement après, retraiter l'échantillon de la même manière que précédemment avec 20 ml d'hexane. Laisser évaporer l'hexane résiduel toute la nuit dans le vase ouvert.

8.2 Coupure par réduction

Ajouter à l'échantillon 17 ml de solution tampon (6.9) préchauffée à 70 °C ± 5 °C. Fermer hermétiquement le flacon de réaction (5.1), agiter vigoureusement et placer le flacon dans une étuve ventilée (5.2) sur un bain de sable ou dans un bain d'eau à 70 °C ± 2 °C pendant (25 ± 5) min. Le flacon de réaction doit atteindre la température de 70 °C vérifiée à l'aide d'un thermomètre placé dans un flacon annexe.

Ajouter ensuite à l'aide d'une seringue (5.6) 1,5 ml de solution aqueuse de dithionite de sodium (6.4) et garder le flacon à 70 °C pendant 10 min. Ajouter encore 1,5 ml de solution aqueuse de dithionite de sodium et chauffer le flacon pendant encore 10 min puis le refroidir à la température ambiante avec de l'eau.

8.3 Extraction liquide/liquide

À l'aide d'un pilon en verre, exprimer la solution de réaction des fibres. Laisser décanter sur la colonne remplie de kieselgur (5.5) et attendre l'absorption dans cette colonne pendant 15 min.

Ajouter 5 ml d'éther *t*-butylméthyle (6.2) et 1 ml de NaOH méthanolique à 20 % (6.11) au résidu de fibres de cuir dans le flacon. Fermer le flacon et l'agiter vigoureusement puis transférer dans la colonne remplie de kieselgur (5.5).

Laver le flacon de réaction et le résidu de fibres avec une fois 15 ml et une fois 20 ml d'éther *t*-butylméthyle et transférer dans la colonne remplie de kieselgur pour commencer l'éluat des amines. Verser ensuite directement 40 ml d'éther *t*-butylméthyle dans la colonne. Recueillir l'éluat dans un ballon de 100 ml à col rodé standard (5.10).

Concentrer l'extrait d'éther *t*-butylméthyle à environ 1 ml (pas jusqu'à siccité !) dans un évaporateur rotatif (5.7) sous vide léger à une température maximale de 50 °C. Faire évaporer le reste de l'éther à siccité en faisant passer un léger courant de gaz inerte.

Transférer immédiatement le résidu dans une fiole jaugée de 2 ml (5.4) et compléter au volume avec du solvant (6.1).

Cette solution est prête pour l'analyse.

8.4 Vérification du système d'analyse

Pour vérifier le mode opératoire d'analyse, ajouter 1,0 ml de la solution d'étalonnage (6.10) dans un flacon de réaction (5.1) contenant 16 ml de la solution tampon préchauffée (6.9). Procéder aux opérations indiquées en 8.2 et suivants. Le taux de récupération doit être d'au moins 70 % pour les amines 1, 2, 3, 4, 5, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 18, d'au moins 50 % pour les amines 16, 17 et de 20 % pour l'amine 6.

9 Étalonnage

Utiliser pour l'étalonnage la solution étalon (6.10) à 30 µg/ml.

10 Analyses chromatographiques

Aucune indication générale n'est possible dans la mesure où des équipements différents peuvent être utilisés. Les paramètres suivants doivent néanmoins être vérifiés et utilisés pour les analyses.

10.1 Analyses chromatographiques pour détection quantitative et qualitative : Chromatographie en phase liquide haute performance (CLHP)

Éluant 1 :	Méthanol ;
Éluant 2	0,575 g de dihydrogénophosphate d'ammonium + 0,7 g de phosphate disodique de sodium dans 1 000 ml d'eau, pH 6,9 ;
Phase stationnaire :	LiChrospher 60 RP-select B (5µm) 250 mm x 4,6 mm ;
Température de la colonne :	40 °C ;
Débit :	0,8 - 1,0 ml/min ;
Gradient :	Début : 15 % d'éluant 1, puis augmentation linéaire jusqu'à 80 % d'éluant 1 en 45 min ;
Volume d'injection :	10 µl ;
Détection :	UV à 240 nm, 280 nm et 305 nm.

10.2 Analyses chromatographiques pour détection qualitative

10.2.1 Chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire (CG)

Colonne capillaire :	polarité moyenne, par exemple SE 54 ou DB 5, longueur : 50 m, diamètre intérieur : 0,32 mm, épaisseur de film : 0,5 mm ;
Système d'injection :	avec fente/sans fente ;
Température d'injection :	250 °C ;
Programme de température :	70 °C pendant 2 min, jusqu'à 280 °C à 10 °C / min, 280 °C pendant 5 min ;
Détecteur :	SM, balayage 45-300 uma ;
Gaz vecteur :	hélium ;
Injection :	1 µl, sans fente 2 min.