

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
17234-1

IULTCS/IUC  
20-1

Première édition  
2010-02-15

---

---

**Cuir — Essais chimiques pour le dosage  
de certains colorants azoïques dans les  
cuirs teints —**

Partie 1:

**Dosage de certaines amines aromatiques  
dérivées des colorants azoïques**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)  
*Leather — Chemical tests for the determination of certain azo colorants  
in dyed leathers —*

*Part 1: Determination of certain aromatic amines derived from azo  
colorants*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7c05aea-e206-4549-bc98-9e19b677605e/iso-17234-1-2010>



Numéro de référence  
ISO 17234-1:2010(F)  
IULTCS/IUC 20-1:2010(F)

© ISO 2010

**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 17234-1:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7c05aea-e206-4549-bc98-9e19b677605e/iso-17234-1-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7c05aea-e206-4549-bc98-9e19b677605e/iso-17234-1-2010>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2010

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos .....	iv
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Généralités</b> .....	1
4 <b>Principe</b> .....	3
5 <b>Précautions concernant la sécurité</b> .....	3
6 <b>Appareillage</b> .....	3
7 <b>Réactifs</b> .....	4
8 <b>Échantillonnage et préparation des échantillons</b> .....	5
9 <b>Mode opératoire</b> .....	5
9.1 <b>Dégraissage</b> .....	5
9.2 <b>Coupage par réduction</b> .....	5
9.3 <b>Extraction liquide/liquide</b> .....	5
9.4 <b>Vérification du système d'analyse</b> .....	6
10 <b>Étalonnage</b> .....	6
11 <b>Analyses chromatographiques</b> .....	6
11.1 <b>Généralités</b> .....	6
11.2 <b>Analyses chromatographiques pour détection quantitative et qualitative: Chromatographie en phase liquide haute performance (CLHP)</b> .....	6
11.3 <b>Analyses chromatographiques pour détection qualitative</b> .....	7
12 <b>Évaluation</b> .....	8
13 <b>Rapport d'analyse</b> .....	8
14 <b>Fidélité de la méthode</b> .....	9
<b>Bibliographie</b> .....	10

## 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 17234-1 a été élaborée par le comité technique CEN/TC 289, *Cuir*, du Comité européen de normalisation (CEN), en collaboration avec la Commission d'essais chimiques de l'Union internationale des sociétés de techniciens et chimistes du cuir (commission IUC, IULTCS), 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 déclarée méthode officielle lors du Congrès des délégués de l'IULTCS le 31 mai 2003 à Cancun, au Mexique. Cette édition diffère légèrement du texte de l'IUC 20.

L'IULTCS est une organisation mondiale de sociétés professionnelles des industries du cuir fondée en 1897 ayant pour mission de favoriser l'avancement des sciences et technologies du cuir. L'IULTCS a trois commissions, qui sont responsables de l'établissement des méthodes internationales d'échantillonnage et d'essai des cuirs. L'ISO reconnaît l'IULTCS en tant qu'organisme international à activités normatives pour l'élaboration de méthodes d'essai relatives au cuir.

Cette première édition de l'ISO 17234-1 annule et remplace l'ISO/TS 17234:2003, qui a fait l'objet d'une révision technique.

L'ISO 17234 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Cuir — Essais chimiques pour le dosage de certains colorants azoïques dans les cuirs teints*:

- *Partie 1: Dosage de certaines amines aromatiques dérivées des colorants azoïques*
- *Partie 2: Dosage du 4-aminoazobenzène*

# Cuir — Essais chimiques pour le dosage de certains colorants azoïques dans les cuirs teints —

## Partie 1:

### Dosage de certaines amines aromatiques dérivées des colorants azoïques

#### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 17234 spécifie une méthode permettant de déterminer l'utilisation 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, *Cuir — Essais chimiques, physiques, mécaniques et de solidité — Emplacement de l'échantillonnage* ISO 17234-1:2010  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7c05aca-e206-4549-bc98-9e19b677605e/iso-17234-1-2010>

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

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

ISO 17234-2, *Cuir — Essais chimiques pour le dosage de certains colorants azoïques dans les cuirs teints — Partie 2: Dosage du 4-aminoazobenzène*

#### 3 Généralités

Certains colorants azoïques peuvent libérer, par coupure par réduction d'un ou de plusieurs groupes azoïques, une ou plusieurs des amines aromatiques répertoriées dans l'Appendice 8 du règlement européen 1907/2006 (voir Tableau 1).

Compte tenu de l'état actuel des connaissances scientifiques, l'utilisation de colorants azoïques interdits dans la fabrication ou le traitement des cuirs est considérée comme prouvée si l'on obtient à partir du cuir coloré après coupure, dans les conditions de la présente méthode (voir 9.2), au moins l'une des amines indiquées dans le Tableau 1 et que la teneur de l'une d'entre elles dépasse 30 mg/kg.

Tableau 1 — Amines aromatiques répertoriées dans l'Appendice 8 du règlement européen 1907/2006

N°	Numéro CAS	Numéro d'index	Numéro CE	Substances
1	92-67-1	612-072-00-6	202-177-1	biphényl-4-ylamine 4-aminobiphényle xénylamine
2	92-87-5	612-042-00-2	202-199-1	benzidine
3	95-69-2		202-441-6	4-chloro- <i>o</i> -toluidine
4	91-59-8	612-022-00-3	202-080-4	2-naphthylamine
5 <sup>a</sup>	97-56-3	611-006-00-3	202-591-2	<i>o</i> -aminoazotoluène 4-amino-2',3-diméthylazobenzène 4- <i>o</i> -tolylazo- <i>o</i> -toluidine
6 <sup>a</sup>	99-55-8		202-765-8	5-nitro- <i>o</i> -toluidine
7	106-47-8	612-137-00-9	203-401-0	4-chloroaniline
8	615-05-4		210-406-1	4-méthoxy- <i>m</i> -phénylènediamine
9	101-77-9	612-051-00-1	202-974-4	4,4'-méthylènedianiline 4,4'-diaminodiphénylméthane
10	91-94-1	612-068-00-4	202-109-0	3,3'-dichlorobenzidine 3,3'-dichlorobiphényl-4,4'-ylènediamine
11	119-90-4	612-036-00-X	204-355-4	3,3'-diméthoxybenzidine <i>o</i> -dianisidine
12	119-93-7	612-041-00-7	204-358-0-1-2010	3,3'-diméthylbenzidine 4,4'-bi- <i>o</i> -toluidine
13	838-88-0	612-085-00-7	212-658-8	4,4'-méthylènedi- <i>o</i> -toluidine
14	120-71-8		204-419-1	6-méthoxy- <i>m</i> -toluidine <i>p</i> -crésidine
15	101-14-4	612-078-00-9	202-918-9	4,4'-méthylène-bis-(2-chloro-aniline) 2,2'-dichloro-4,4'-méthylène-dianiline
16	101-80-4		202-977-0	4,4'-oxydianiline
17	139-65-1		205-370-9	4,4'-thiodianiline
18	95-53-4	612-091-00-X	202-429-0	<i>o</i> -toluidine 2-aminotoluène
19	95-80-7	612-099-00-3	202-453-1	4-méthyl- <i>m</i> -phénylènediamine
20	137-17-7		205-282-0	2,4,5-triméthylaniline
21	90-04-0	612-035-00-4	201-963-1	<i>o</i> -anisidine 2-méthoxyaniline
22 <sup>b</sup>	60-09-3	611-008-00-4	200-453-6	4-aminoazobenzène

<sup>a</sup> Les numéros CAS 97-56-3 (N°5) et 99-55-8 (N°6) sont ensuite réduits aux numéros CAS 95-53-4 (N°18) et 95-80-7 (N°19).

<sup>b</sup> Les colorants azoïques capables de former du 4-aminoazobenzène génèrent dans les conditions de la présente méthode de l'aniline et/ou de la 1,4-phénylènediamine. La présence de ces colorants doit être soumise à essai selon l'ISO 17234-2.

## 4 Principe

Après dégraissage, l'échantillon de cuir est traité par une solution aqueuse tamponnée de dithionite de sodium (pH 6) à 70 °C dans un flacon fermé. Les amines libérées par le processus de coupure par réduction sont transférées dans une phase éther *t*-butylméthylique par extraction liquide/liquide en utilisant des colonnes de kieselgur. L'extrait d'éther *t*-butylméthylique est ensuite concentré dans des conditions ménagées à l'aide d'un évaporateur rotatif sous vide et le résidu est mis en solution dans un solvant approprié, en fonction de la méthode utilisée pour doser les amines.

Le dosage des amines est réalisé par chromatographie en phase liquide haute performance avec un détecteur à barrette de diodes (CLHP/UV), chromatographie sur couche mince (CCM, CCMHP) et une quantification par densitométrie, chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire avec détecteur à ionisation de flamme et/ou détecteur de masse (GC/FID et/ou SM) ou par électrophorèse capillaire avec détecteur à barrette de diodes (HPCE/UV).

Les amines doivent être identifiées à l'aide 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 doit être effectuée par chromatographie en phase liquide haute performance avec détecteur à barrette de diodes.

## 5 Précautions concernant la sécurité

**5.1** Des amines aromatiques répertoriées dans l'Article 3 sont classées en tant que substances connues comme carcinogènes pour l'homme ou susceptibles de l'être.

Toute manipulation et toute élimination de ces substances doivent se faire en stricte conformité avec les réglementations nationales appropriées en matière de santé et de sécurité.

**5.2** Il incombe à l'utilisateur d'appliquer des techniques sûres et appropriées lors de la manipulation des produits indiqués dans la présente méthode d'essai. S'adresser aux fabricants afin d'obtenir des informations spécifiques, telles que les fiches de données de sécurité et autres recommandations.

**5.3** Il convient de respecter les bonnes pratiques de laboratoire. Porter des lunettes de sécurité dans toutes les zones du laboratoire ainsi qu'un masque anti-poussière jetable et des gants jetables lors de la manipulation des colorants en poudre et des amines aromatiques.

**5.4** Les utilisateurs doivent se conformer à toutes les réglementations nationales et locales en matière de sécurité.

## 6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

**6.1** **Flacon de réaction approprié**, en verre résistant à la chaleur avec bouchon étanche.

**6.2** **Enceinte thermique à bain de sable** (sable marin, granulométrie 0,1 mm à 0,3 mm) ou **bain d'eau** avec thermostat.

**6.3** **Thermomètre**, précision de 0,5 °C à 70 °C.

**6.4** **Fioles jaugées**, de différents volumes.

**6.5** **Colonne<sup>1)</sup> 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 granules.

---

1) Une colonne préremplie EXtrelut® NT20 fournie par Merck est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente partie de l'ISO 17234 et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

6.6 Seringue en polypropylène ou en polyéthylène, 2 ml.

6.7 Évaporateur rotatif sous vide.

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

6.9 Bain à ultrasons avec thermostat.

6.10 Ballon à fond rond, de 100 ml à col rodé standard NS 29132.

6.11 Appareillage d'analyse:

- applicateur automatique pour chromatographie sur couche mince (CCMHP ou CCM);
- densitomètre;
- appareil d'électrophorèse capillaire avec détecteur à barrette de diodes;
- appareil de chromatographie gazeuse à colonne capillaire, injecteur à fente ou sans fente, de préférence avec spectromètre de masse (SM);
- système de CLHP avec pompe à gradient, de préférence avec barrette de diodes ou spectromètre de masse (SM).

## 7 Réactifs

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

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

7.1 Méthanol.

[ISO 17234-1:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7c05aea-e206-4549-bc98-9e19b677605e/iso-17234-1-2010)

7.2 Éther *t*-butylméthyle.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7c05aea-e206-4549-bc98-9e19b677605e/iso-17234-1-2010>

7.3 Dithionite de sodium, pureté minimale 87 %.

7.4 Dithionite de sodium en solution aqueuse, 200 mg/ml, préparée quotidiennement.

7.5 *n*-Hexane.

7.6 Amines, figurant dans le Tableau 1 (niveau de pureté maximal disponible).

7.7 Solution mère des amines (7.6): 400 mg/l dans de l'acétate d'éthyle pour CCM.

7.8 Solution mère des amines (7.6): 200 mg/l dans du méthanol pour GC, HPLC, HPCE.

7.9 Solution tampon de citrate<sup>2)</sup>, 0,06 mol/l, pH 6, préchauffée à (70 ± 5) °C.

7.10 Solution étalon pour le contrôle du traitement des amines, 30 µg d'amine par millilitre de solvant, préparée en temps masqué à partir des solutions mères (7.7) ou (7.8) en fonction de la méthode d'analyse.

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

7.12 Eau, de qualité 3 conformément à l'ISO 3696:1987.

---

2) La solution référencée sous le N°1.09437.1 000 fournie par Merck est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente partie de l'ISO 17234 et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

## 8 Échantillonnage et préparation des échantillons

Prélever un échantillon conformément à l'ISO 2418 et broyer le cuir conformément à l'ISO 4044. Si l'échantillonnage n'est pas possible conformément à l'ISO 2418 (par exemple cuirs de produits finis comme les chaussures, les vêtements, etc.), les informations relatives au prélèvement des échantillons doivent être fournies dans le rapport d'essai. Toute trace d'adhésifs doit être éliminée par voie mécanique.

Pour l'analyse, peser avec précision un échantillon représentatif de 1,0 g de ce cuir broyé dans le flacon de réaction (6.1).

## 9 Mode opératoire

### 9.1 Dégraissage

Traiter dans un bain à ultrasons (6.9) à 40 °C, pendant 20 min, 1 g d'échantillon de cuir broyé dans un flacon fermé de 50 ml (6.1) contenant 20 ml de *n*-hexane (7.5). Laisser décanter la couche de *n*-hexane imprégnant l'échantillon de cuir. Durant la décantation, il faut éviter toute perte de particules de cuir. Immédiatement après, retraiter l'échantillon de la même manière que précédemment avec 20 ml de *n*-hexane. Laisser évaporer le *n*-hexane résiduel toute la nuit dans le flacon ouvert.

### 9.2 Coupure par réduction

Ajouter à l'échantillon 17 ml de solution tampon (7.9) préchauffée à  $(70 \pm 5)$  °C. Fermer hermétiquement le flacon de réaction (6.1), agiter et placer le flacon dans une étuve ventilée sur un bain de sable ou dans un bain d'eau (6.2) à  $(70 \pm 2)$  °C pendant  $(25 \pm 5)$  min. La température de réaction doit atteindre 70 °C à l'intérieur du flacon de réaction. Cette température doit être vérifiée à l'aide d'un flacon supplémentaire à l'intérieur duquel est placé un thermomètre.

Ajouter, à l'aide d'une seringue (6.6), 1,5 ml de solution aqueuse de dithionite de sodium (7.4) et maintenir le flacon à 70 °C pendant 10 min. Ensuite, 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.

### 9.3 Extraction liquide/liquide

À l'aide d'un pilon en verre, exprimer la solution de réaction des fibres, décanter sur la colonne remplie de kieselgur (6.5) et laisser l'absorption se faire dans la colonne pendant 15 min.

Ajouter 5 ml d'éther *t*-butylméthylique (7.2) et 1 ml de solution méthanolique de NaOH à 20 % (7.11) au résidu de fibres de cuir dans le flacon. Fermer le flacon et l'agiter vigoureusement, puis transférer dans la colonne remplie de kieselgur (6.5).

Laver le flacon de réaction et le résidu de fibres avec  $1 \times 15$  ml et  $1 \times 20$  ml d'éther *t*-butylméthylique et transférer dans la colonne remplie de kieselgur pour commencer l'élution des amines. Verser ensuite directement 40 ml d'éther *t*-butylméthylique dans la colonne. Recueillir l'éluat dans un ballon à fond rond de 100 ml à col rodé standard (6.10).

Concentrer l'extrait d'éther *t*-butylméthylique à environ 1 ml (pas jusqu'à siccité) dans un évaporateur rotatif (6.7) 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 (6.4) et compléter au volume avec du méthanol (ou de l'acétate d'éthyle dans le cas de l'analyse par CCM). Cette solution est prête pour l'analyse.