

---

---

**Textiles — Méthodes de détermination  
de certaines amines aromatiques  
dérivées de colorants azoïques —**

Partie 1:

**Détection de l'utilisation de certains  
colorants azoïques accessibles avec ou  
sans extraction**

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

*Textiles — Methods for determination of certain aromatic amines  
derived from azo colorants —*

*Part 1: Detection of the use of certain azo colorants accessible with  
and without extracting the fibres*



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

ISO 24362-1:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3cfa2286-c6ff-4950-92c7-903e3cedd8ed/iso-24362-1-2014>



**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>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Généralités</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>3</b>
<b>5</b> <b>Précautions de sécurité</b> .....	<b>3</b>
<b>6</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>4</b>
<b>7</b> <b>Appareil</b> .....	<b>5</b>
<b>8</b> <b>Préparation et échantillonnage des éprouvettes</b> .....	<b>6</b>
8.1    Généralités.....	6
8.2    Article textile.....	6
8.3    Composition des fibres.....	7
8.4    En cas de mélanges de fibres.....	8
8.5    Matériaux imprimés.....	8
8.6    Couleurs.....	8
<b>9</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>9</b>
9.1    Extraction de colorants pour des colorants dispersés.....	9
9.2    Textiles teints au moyen de colorants autres que des colorants dispersés.....	9
9.3    Clivage réducteur.....	9
9.4    Séparation et concentration des amines.....	9
9.5    Détection et quantification des amines.....	10
9.6    Mode opératoire de vérification.....	10
<b>10</b> <b>Évaluation</b> .....	<b>12</b>
10.1    Généralités.....	12
10.2    Calcul de la concentration en amine dans l'échantillon.....	12
10.3    Fiabilité de la méthode.....	12
<b>11</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>12</b>
<b>Annexe A</b> (informative) <b>Analyses par chromatographie</b> .....	<b>13</b>
<b>Annexe B</b> (informative) <b>Fiabilité de la méthode</b> .....	<b>18</b>
<b>Annexe C</b> (informative) <b>Guide d'appréciation — Interprétation des résultats d'analyse</b> .....	<b>19</b>
<b>Annexe D</b> (informative) <b>Tableau explicatif des colorants utilisés dans divers matériaux textiles</b> .....	<b>21</b>
<b>Annexe E</b> (informative) <b>Mode opératoire pour une extraction liquide/liquide sans terre de diatomées</b> .....	<b>23</b>
<b>Annexe F</b> (normative) <b>Colorants — Méthodes de détermination de certaines amines aromatiques</b> .....	<b>27</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>28</b>

## 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](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 sur la liste ISO des déclarations de brevets reçus (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

Les éventuelles appellations commerciales utilisées dans le présent document sont données pour information à l'intention des utilisateurs et ne constituent pas une approbation ou une recommandation.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, aussi bien que pour des informations 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, *Textiles*.

L'ISO 24362 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Textiles — Méthodes de détermination de certaines amines aromatiques dérivées de colorants azoïques*:

- *Partie 1: Détection de l'utilisation de certains colorants azoïques accessibles avec ou sans extraction*
- *Partie 3: Détection de l'utilisation de certains colorants azoïques susceptibles de libérer du 4-aminoazobenzène*

## Introduction

La présente partie de l'ISO 24362 est basé sur l'EN 14362-1:2012 qui a été élaborée par le comité technique CEN/TC 248, *Textiles et produits textiles*.

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

[ISO 24362-1:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3cfa2286-c6ff-4950-92c7-903e3cedd8ed/iso-24362-1-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3cfa2286-c6ff-4950-92c7-903e3cedd8ed/iso-24362-1-2014>

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

[ISO 24362-1:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3cfa2286-c6ff-4950-92c7-903e3cedd8ed/iso-24362-1-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3cfa2286-c6ff-4950-92c7-903e3cedd8ed/iso-24362-1-2014>

# Textiles — Méthodes de détermination de certaines amines aromatiques dérivées de colorants azoïques —

## Partie 1: Détection de l'utilisation de certains colorants azoïques accessibles avec ou sans extraction

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 24362 spécifie un mode opératoire permettant de détecter l'utilisation de certains colorants azoïques qui ne peuvent pas être utilisés dans la fabrication ou le traitement de certains articles en fibres textiles et qui sont accessibles aux agents de réduction avec ou sans extraction.

Les colorants azoïques accessibles aux agents de réduction sans extraction sont ceux utilisés pour teindre:

- des fibres cellulosiques (par exemple le coton, la viscose);
- des fibres animales (par exemple la laine, la soie);
- des fibres synthétiques (par exemple les polyamides, l'acrylique).

Les colorants azoïques accessibles avec extraction sont ceux utilisés pour teindre les fibres chimiques au moyen de colorants dispersés. Les fibres chimiques suivantes peuvent être teintées au moyen de colorants dispersés: polyester, polyamide, acétate, triacétate, acrylique et chlorofibre.

Il est nécessaire d'extraire en premier lieu le colorant pour certains articles constitués de fibres cellulosiques et/ou de fibres animales mélangées à des fibres chimiques.

La méthode est adaptée à tous les textiles colorés, par exemple les textiles teints, imprimés et enduits.

### 2 Références normatives

Les documents suivants, en tout ou partie, sont référencés de manière 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 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

### 3 Généralités

Certains colorants azoïques sont susceptibles de libérer, par clivage réducteur d'un ou de plusieurs groupes azoïques, une ou plusieurs des amines aromatiques suivantes.

Tableau 1 — Amines aromatiques concernées

N°	Numéro CAS	Numéro d'index	N° 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	612-196-00-0	202-441-6	4-chloro-o-toluidine
4	91-59-8	612-022-00-3	202-080-4	2-naphtylamine
5 <sup>a</sup>	97-56-3	611-006-00-3	202-591-2	o-aminoazotoluène 4-amino-2',3-diméthylazobenzène 4-o-tolylazo-o-toluidine
6 <sup>a</sup>	99-55-8	612-210-00-5	202-765-8	5-nitro-o-toluidine 2-amino-4-nitrotoluène
7	106-47-8	612-137-00-9	203-401-0	4-chloroaniline
8	615-05-4	612-200-00-0	210-406-1	4-méthoxy-m-phénylènediamine 2,4-diaminoanisol
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'-dichlorobiphenyl-4,4'-ylènediamine
11	119-90-4	612-036-00-X	204-355-4	3,3'-diméthoxybenzidine o-dianisidine
12	119-93-7	612-041-00-7	204-358-0	3,3'-diméthylbenzidine 4,4'-bi-o-toluidine
13	838-88-0	612-085-00-7	212-658-8	4,4'-méthylènedi-o-toluidine
14	120-71-8	612-209-00-X	204-419-1	6-méthoxy-m-toluidine p-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	612-199-00-7	202-977-0	4,4'-oxydianiline
17	139-65-1	612-198-00-1	205-370-9	4,4'-thiodianiline
18	95-53-4	612-091-00-X	202-429-0	o-toluidine 2-aminotoluène
19	95-80-7	612-099-00-3	202-453-1	4-méthyl-m-phénylènediamine 2,4-toluyldiamine 2,4-diaminotoluène
20	137-17-7	612-197-00-6	205-282-0	2,4,5-triméthylaniline

<sup>a</sup> Les numéros CAS 97-56-3 (n° 5) et 99-55-8 (n° 6) sont 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 cette méthode, de l'aniline (numéro CAS 62-53-3) et de la 1,4-phénylènediamine (numéro CAS 106-50-3). En raison des limites de détection, seule l'aniline peut être détectée. Il convient que la présence de ces colorants soit soumise à un essai selon l'ISO 24362-3.



Tableau 1 (suite)

N°	Numéro CAS	Numéro d'index	N° CE	Substances
21	90-04-0	612-035-00-4	201-963-1	o-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 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 cette méthode, de l'aniline (numéro CAS 62-53-3) et de la 1,4-phénylènediamine (numéro CAS 106-50-3). En raison des limites de détection, seule l'aniline peut être détectée. Il convient que la présence de ces colorants soit soumise à un essai selon l'ISO 24362-3.

## 4 Principe

Une fois qu'une éprouvette de textile coloré a été sélectionnée dans l'article textile, elle est soumise à un essai conformément à la méthode d'extraction du colorant correspondant aux colorants dispersés et/ou à la méthode de réduction directe correspondant aux autres classes de colorants.

L'application des méthodes combinées ou d'une des deux méthodes dépend de la nature de la ou des fibres composant l'éprouvette (composée de fibres pures ou d'un mélange de fibres) et du traitement de coloration (processus de teinture ou d'impression). Si l'éprouvette n'est pas décolorée au cours de l'application d'une des deux méthodes, l'autre peut être mise en œuvre, le cas échéant.

Lorsque la méthode d'extraction du colorant correspondant aux colorants dispersés est mise en œuvre, le colorant est en premier lieu extrait de la fibre dans l'espace de tête (voir la [Figure 1](#)) au moyen de chlorobenzène sous reflux. L'extrait est concentré et transféré dans le flacon de réaction avec du méthanol pour une réduction ultérieure avec du dithionite de sodium dans une solution aqueuse tamponnée au citrate (pH = 6) à 70 °C. Si l'éprouvette de textile n'est pas complètement décolorée après l'extraction au chlorobenzène, elle est ajoutée dans le flacon de réaction avec la solution méthanolique du colorant dispersé pour une réduction combinée.

Lorsque la méthode correspondant aux autres classes de colorants est mise en œuvre, l'éprouvette est traitée avec du dithionite de sodium, dans une solution aqueuse tamponnée au citrate (pH = 6), à 70 °C, dans un flacon fermé.

Après la réduction, toute amine libérée lors de ce processus est transférée en phase éther *t*-butylméthylque par extraction liquide-liquide en utilisant des colonnes de terre de diatomées. L'extrait d'éther *t*-butylméthylque est ensuite concentré et le résidu est dissous dans un solvant convenant pour la détection et le dosage des amines par chromatographie (voir l'[Annexe A](#)).

L'[Annexe E](#) décrit une méthode de criblage au moyen d'une extraction liquide-liquide sans colonne de terre de diatomées.

En cas de détection d'une amine par une méthode de chromatographie, une confirmation doit être effectuée en utilisant une ou plusieurs autres méthodes.

## 5 Précautions de sécurité

**AVERTISSEMENT** — Les substances (amines) répertoriées dans l'[Article 3](#) sont classées comme étant des substances cancérigènes connues ou suspectées pour l'homme.

**5.1** Toute manipulation et toute mise au rebut de ces substances doivent s'effectuer dans le respect strict des réglementations nationales appropriées en matière de santé et de sécurité.

**5.2** Il incombe à l'utilisateur de mettre en œuvre des techniques sûres et appropriées pour la manipulation des matériaux lors de l'emploi de la présente méthode d'essai. Contacter les fabricants pour obtenir des détails spécifiques tels que les fiches de données de sécurité et autres recommandations.

5.3 Il convient de suivre de bonnes pratiques de laboratoire. Porter des lunettes de protection dans toutes les zones du laboratoire et un masque anti-poussière à usage unique lors de la manipulation de colorants en poudre.

5.4 Il convient que les utilisateurs se conforment à toute réglementation nationale ou locale en matière de sécurité.

## 6 Réactifs

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

### 6.1 Chlorobenzène.

**AVERTISSEMENT** — Il s'agit d'un produit chimique toxique. Une attention particulière est requise lors de la manipulation du chlorobenzène, afin d'éviter toute ingestion par contact avec la peau et par inhalation.

### 6.2 Acétonitrile.

### 6.3 Méthanol.

### 6.4 Éther *t*-butylméthylique.

### 6.5 *n*-Pentane.

### 6.6 Solution tampon de citrate/hydroxyde de sodium, pH = 6, $c = 0,06$ mol/l<sup>1)</sup>.

### 6.7 Solution aqueuse de dithionite de sodium, $\rho = 200$ mg/ml<sup>2)</sup> venant d'être préparée (quotidiennement).

### 6.8 Terre de diatomées.

6.9 **Substances amines**, amines 1 à 21 (comme spécifié dans le [Tableau 1](#)), aniline et 1,4-phénylènediamine, étalons de pureté les plus élevés possible dans tous les cas.

### 6.10 Solutions étalons.

6.10.1 **Solution mère de toutes les amines** à une concentration supérieure ou égale à 300 µg de chaque amine par millilitre de solvant approprié.

NOTE L'acétonitrile est un solvant approprié pour cette solution mère, permettant une bonne stabilité des amines.

#### 6.10.2 Solution d'étalonnage des amines pour un usage quotidien.

Dilution de la solution mère ([6.10.1](#)) à une concentration  $\rho = 15,0$  µg de chaque amine par millilitre de solvant approprié.

6.10.3 **Solutions d'étalonnage des amines pour une plage de concentration par quantification** allant de 2 µg à 50 µg de chaque amine par millilitre de solvant approprié.

1)  $c$  est la concentration en citrate.

2)  $\rho$  est la concentration massique.

NOTE Il appartient à chaque laboratoire de choisir les concentrations appropriées pour l'étalonnage.

**6.10.4 Étalons internes en solution (IS),**  $\rho = 1,0$  mg d'étalon interne en solution/ml du solvant de l'étalon interne approprié.

En cas d'analyse par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire et détecteur par spectrométrie de masse (CG-SM), utiliser un des étalons internes suivants:

- étalon interne 1: benzidine-d8, n° CAS: 92890-63-6;
- étalon interne 2: naphthalène-d8, n° CAS: 1146-65-2;
- étalon interne 3: 2, 4,5-trichloroaniline, n° CAS: 636-30-6;
- étalon interne 4: anthracène-d10, n° CAS: 1719-06-8.

NOTE Si l'analyse de confirmation pour la benzidine est effectuée au moyen d'un DAD ou d'une CCM, l'utilisation de l'étalon interne 1: benzidine-d8, n° CAS: 92890-63-6 est impossible, le pic ne pouvant être séparé de la benzidine non-deutérée.

**6.11 Solution aqueuse d'hydroxyde de sodium,** de fraction massique 10 %.

**6.12 Eau de qualité 3,** conforme à l'ISO 3696:1987.

## 7 Appareil iTeh STANDARD PREVIEW

**7.1 Appareil d'extraction,** conforme à la [Figure 1](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3cfa2286-c6ff-4950-92c7-97c5c0d6cd/iso-24362-1-2014), se composant:

- d'un réfrigérant à serpentin NS 29/32;
- d'un crochet, en matériau inerte, destiné à maintenir l'éprouvette en place de manière que le solvant condensé tombe dessus goutte à goutte;
- d'un ballon à fond rond NS 29/32, de 100 ml;
- d'une source de chaleur.



**Figure 1 — Appareillage**

NOTE Un appareillage analogue peut être utilisé s'il permet d'obtenir les mêmes résultats.

**7.2 Bain à ultrasons,** à chauffage réglable, d'une puissance ultrasonique de 60 W RMS.

**7.3 Flacon de réaction,** (20 ml à 50 ml) en verre résistant à la chaleur, à fermeture hermétique.

**7.4 Source de chaleur,** pouvant maintenir une température de  $(70 \pm 2)$  °C.

**7.5 Colonne en verre ou en polypropylène**, de diamètre intérieur compris entre 25 mm et 30 mm, d'une longueur comprise entre 130 mm et 150 mm, garnie de 20 g de terre de diatomées (6.8) et équipée d'un filtre en fibre de verre à la sortie.

Il est possible d'utiliser soit des colonnes de terre de diatomées achetées préconditionnées et utilisées telles quelles, soit des colonnes en verre ou en polypropylène, à garnir de 20 g de terre de diatomées, ayant les dimensions indiquées.

**7.6 Évaporateur rotatif sous vide**, avec contrôle du vide et bain d'eau.

NOTE D'autres types d'évaporateurs peuvent être utilisés, par exemple un bain d'eau avec un débit contrôlé d'azote au-dessus du liquide.

**7.7 Pipettes**, de tailles requises ou variables.

**7.8 Appareil de chromatographie**, choisi parmi les suivants:

**7.8.1 Appareil de chromatographie sur couche mince (CCM)** ou appareil de chromatographie sur couche mince à haute performance (CCM haute performance), y compris le détecteur correspondant.

**7.8.2 Appareil de chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP)**, comprenant un gradient d'élution et un détecteur à barrette de diodes (DAD) ou un détecteur par spectrométrie de masse (SM).

**7.8.3 Appareil de chromatographie en phase gazeuse (CG)** comprenant un détecteur à ionisation de flamme (FID) ou un détecteur par spectrométrie de masse (SM).

**7.8.4 Appareil d'électrophorèse capillaire (CE)**, à détecteur à barrette de diodes (DAD).

NOTE L'Annexe A donne une description des appareils de chromatographie.

## 8 Préparation et échantillonnage des éprouvettes

### 8.1 Généralités

L'éprouvette doit être sélectionnée en s'appuyant sur les critères suivants:

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

Préparer l'éprouvette par découpe afin d'obtenir une masse totale de 1 g. Pour les éprouvettes à soumettre à une extraction de colorants (9.1), les couper en bandes (si l'appareillage décrit en 7.1 est utilisé) ou en petits morceaux si un autre appareillage est utilisé ou pour les éprouvettes à soumettre uniquement à un clivage réducteur (9.3).

### 8.2 Article textile

Découper des éprouvettes dans l'article textile, s'il s'agit d'un produit semi-fini, tel que des fils, étoffes, etc.