

---

---

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

Partie 3:

**Détection de l'utilisation de certains  
colorants azoïques susceptibles de  
libérer du 4-aminoazobenzène**

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

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

<https://standards.iteh.org/catalog/standards/sist/c504d1a-b402-43d3-90ca-2e4f78de1a1f/iso-24362-3-2014>

*Part 3: Detection of the use of certain azo colorants, which may  
release 4-aminoazobenzene*



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

ISO 24362-3:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc504d1a-b402-43d3-90ca-2e4f78de1af1/iso-24362-3-2014>



**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>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Généralités</b> .....	<b>2</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Précautions de sécurité</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>2</b>
<b>7</b> <b>Appareil</b> .....	<b>3</b>
<b>8</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>4</b>
8.1    Généralités.....	4
8.2    Préparation des éprouvettes.....	5
8.3    Extraction de colorants pour des colorants dispersés.....	5
8.4    Textiles teints au moyen de colorants autres que des colorants dispersés.....	5
8.5    Clivage réducteur.....	5
8.6    Séparation et concentration du 4-aminoazobenzène.....	6
8.7    Solutions d'étalonnage.....	6
8.8    Vérification du système d'analyse.....	7
8.9    Analyses par chromatographie.....	7
<b>9</b> <b>Évaluation</b> .....	<b>7</b>
9.1    Calcul.....	7
9.2    Fiabilité de la méthode.....	7
<b>10</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>7</b>
<b>Annexe A</b> (informative) <b>Analyses par chromatographie</b> .....	<b>8</b>
<b>Annexe B</b> (informative) <b>Calcul</b> .....	<b>14</b>
<b>Annexe C</b> (informative) <b>Fiabilité de la méthode</b> .....	<b>16</b>
<b>Annexe D</b> (informative) <b>Guide d'appréciation — Interprétation des résultats d'analyse</b> .....	<b>18</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>19</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, <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc504d1a-b402-43d3-90ca-2e4578de1af1/iso-24362-3-2014>

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 basée sur l'EN 14362-3:2012 qui a été élaborée par le comité technique CEN/TC 248, *Textiles et produits textiles*.

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

[ISO 24362-3:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc504d1a-b402-43d3-90ca-2e4f78de1af1/iso-24362-3-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc504d1a-b402-43d3-90ca-2e4f78de1af1/iso-24362-3-2014>

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

ISO 24362-3:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc504d1a-b402-43d3-90ca-2e4f78de1af1/iso-24362-3-2014>

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

## Partie 3:

## Détection de l'utilisation de certains colorants azoïques susceptibles de libérer du 4-aminoazobenzène

### 1 Domaine d'application

Les colorants azoïques capables de former du 4-aminoazobenzène génèrent, dans les conditions de l'ISO 24362-1, des amines dont l'aniline et la 1,4-phénylènediamine. La présence de ces colorants à base de 4-aminoazobenzène ne peut être déterminée de façon fiable sans informations supplémentaires (par exemple sur la structure chimique du colorant utilisé) ou sans mode opératoire spécifique.

La présente partie de l'ISO 24362 est un complément à l'ISO 24362-1 et décrit un mode opératoire spécifique permettant de détecter l'utilisation de certains colorants azoïques dans des articles, pouvant libérer du 4-aminoazobenzène,

- accessibles aux agents de réduction sans extraction, en particulier dans le cas des textiles fabriqués à partir de fibres de cellulose et de fibres animales (par exemple le coton, la viscose, la laine, la soie);
- accessibles par extraction des fibres (par exemple le polyester ou le simili cuir).

Pour certains mélanges de fibres, il peut être nécessaire d'appliquer les deux parties de l'ISO 24362 (avec et sans extraction).

Le mode opératoire détecte également le 4-aminoazobenzène utilisé en tant que colorant (Solvent Yellow 1) qui est déjà disponible dans des articles sous la forme de l'amine libre, sans dégradation par traitement de réduction.

L'utilisation de certains colorants azoïques, qui peuvent libérer par clivage réducteur de leur(s) groupe(s) azoïque(s) une ou plusieurs des autres amines aromatiques répertoriées dans le *Règlement CE n° 1907/2006 du Parlement européen et du Conseil concernant l'enregistrement, l'évaluation et l'autorisation des substances chimiques, ainsi que les restrictions applicables à ces substances (REACH) conformément à l'Annexe XVII*, exception faite du 4-aminoazobenzène, ne peut pas être déterminée quantitativement avec cette méthode.

### 2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à 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 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 et sans extraction des fibres*

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

### 3 Généralités

Certains colorants azoïques peuvent libérer, par clivage réducteur du (des) groupe(s) azoïque(s), du 4-aminoazobenzène (voir [Tableau 1](#)), qui est proscrit conformément au Règlement CE n° 1907/2006 du Parlement européen et du Conseil concernant l'enregistrement, l'évaluation et l'autorisation des substances chimiques, ainsi que les restrictions applicables à ces substances (REACH) conformément à l'Annexe XVII.

**Tableau 1 — 4-aminoazobenzène proscrit conformément au Règlement REACH 1907/2006/Annexe XVII**

N°	Numéro CAS	Numéro d'index	N° CE	Substance
22	60-09-3	611-008-00-4	200-453-6	4-aminoazobenzène

### 4 Principe

Après qu'une éprouvette colorée a été sélectionnée dans l'article textile, celle-ci est soumise à un essai conformément à la méthode d'extraction des colorants dispersés et/ou à la méthode de réduction directe correspondant aux autres classes de colorants (voir l'ISO 24362-1).

L'échantillon textile ou le résidu de l'extraction de l'échantillon est traité avec une solution alcaline de dithionite de sodium à 40 °C dans un flacon fermé. Le 4-aminoazobenzène libéré pendant le processus est transféré en phase éther *t*-butylméthylique par extraction liquide/liquide. Une aliquote de la phase éther *t*-butylméthylique est utilisée pour analyse. La détection et le dosage du 4-aminoazobenzène sont effectués par chromatographie (voir [Annexe A](#)).

En cas de détection du 4-aminoazobenzène par une méthode chromatographique, il est nécessaire d'effectuer une confirmation en utilisant une ou plusieurs autres méthodes.

ISO 24362-3:2014

### 5 Précautions de sécurité

**AVERTISSEMENT — Le 4-aminoazobenzène est classé en tant que substance susceptible d'être cancérigène 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 les 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, seuls des produits chimiques de qualité analytique doivent être utilisés.

**6.1 Solution aqueuse de dithionite de sodium**,  $\rho = 200 \text{ mg/ml}^1$ , fraîchement préparée pour une utilisation immédiate après un temps de séjour de 1 h dans un flacon fermé

1)  $\rho$  est la concentration massique.



**6.2 Solution aqueuse d'hydroxyde de sodium**,  $w = 2 \text{ ‰}$ <sup>2)</sup>.

**6.3 *n*-pentane.**

**6.4 Méthanol.**

**6.5 Chlorobenzène.**

**6.6 Éther *t*-butylméthylique.**

**6.7 Chlorure de sodium.**

**6.8 4-aminoazobenzène**, de la plus grande pureté.

**6.9 Étalons internes pour la chromatographie en phase gazeuse**, par exemple:

- 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.

**6.10 Solutions étalon.**

iTech STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

**6.10.1 Solution étalon interne**, étalon interne (6.9) en solution dans de l'éther *t*-butylméthylique,  $\rho = 10,0 \text{ ‰g/ml}$ .

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc504d1a-b402-43d3-90ca-2e4f78de1af1/iso-24362-3-2014>

**6.10.2 Solution d'étalonnage de 4-aminoazobenzène**, pour la vérification du mode opératoire expérimental et la préparation de solutions d'étalonnage.

4-aminoazobenzène dans du méthanol,  $\rho = 500 \text{ ‰g/ml}$ .

**6.11 Eau de qualité 3**, conforme à l'ISO 3696.

## 7 Appareil

**7.1 Flacon de réaction** (20 ml à 50 ml) en verre réfractaire, avec fermeture étanche.

**7.2 Appareil d'extraction**, conforme à la [Figure 1](#), se composant:

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

---

2)  $w$  est la fraction massique (% en masse).

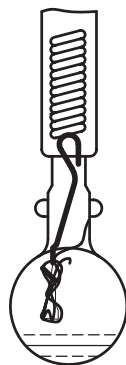


Figure 1 — Appareil

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

7.3 **Source de chaleur**, pouvant maintenir une température de  $(40 \pm 2) ^\circ\text{C}$

7.4 **Centrifugeuse**, pouvant fonctionner à plus de 3 000 r/min.

7.5 **Évaporateur rotatif sous vide**.

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

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

7.8 **Agitateur horizontal**, avec une fréquence de  $5 \text{ s}^{-1}$ , un trajet de 2 cm à 5 cm.

7.9 **Appareils d'analyse**.

7.9.1 **Appareil de chromatographie en phase gazeuse (CG)** avec détecteur par spectrométrie de masse (SM).

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

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

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

NOTE Une description de l'équipement est indiquée dans l'[Annexe A](#).

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Généralités

Appliquer le présent mode opératoire à l'éprouvette donnant un résultat positif à l'aniline et à la 1,4-phénylènediamine ou seulement à l'aniline en utilisant l'ISO 24362-1. Sélectionner [8.3](#) ou [8.4](#) en fonction de la composition de l'échantillon.

## 8.2 Préparation des éprouvettes

Dans le cas d'étoffes comportant des dessins de plusieurs couleurs, prendre en compte les diverses couleurs séparément dans la mesure du possible. Pour les articles se composant de diverses qualités de textiles, les éprouvettes des diverses qualités (en termes de fibre et/ou de couleur) doivent être analysées séparément.

Préparer l'éprouvette en effectuant des coupes de façon à obtenir une masse totale de 1 g. Pour les éprouvettes devant être soumises à l'extraction des colorants (8.3), couper en bandes (si l'appareil décrit en 7.2 est utilisé) ou couper en petits morceaux si d'autres appareils sont utilisés ou pour les éprouvettes devant être soumises au clivage réducteur uniquement (8.5).

## 8.3 Extraction de colorants pour des colorants dispersés

### 8.3.1 Extraction des colorants dispersés avec du chlorobenzène

L'éprouvette de textile teint au moyen de colorants dispersés (voir [Annexe D](#) de l'ISO 24362-1:2014) est maintenue dans l'extracteur (7.2) pendant 30 min au-dessus de 25 ml de chlorobenzène en ébullition. Laisser l'extrait de chlorobenzène refroidir à température ambiante avant de le détacher de l'extracteur.

Concentrer l'extrait de chlorobenzène dans l'évaporateur (7.5) à une température comprise entre 45 °C et 60 °C jusqu'à obtenir une petite quantité résiduelle. Transférer ce résidu quantitativement dans le flacon de réaction avec 7 ml de méthanol (6.4) au total en utilisant un bain à ultrasons pour disperser le colorant.

NOTE 1 Il est recommandé d'effectuer le transfert en plusieurs fois: par exemple ajouter 4 ml de méthanol et dissoudre le résidu provenant du flacon de verre à l'aide d'un bain ultrasonique, puis transférer la suspension quantitativement dans le flacon de réaction au moyen d'une pipette, rincer ensuite trois fois avec 1 ml de méthanol et transférer la solution quantitativement.

NOTE 2 Une aliquote de cette solution méthanolique peut être utilisée immédiatement pour l'analyse par CL-DAD-SM pour la détermination directe d'un colorant dispersé libérant du 4-aminoazobenzène (par exemple Disperse Yellow 23).

### 8.3.2 Textiles teints uniquement au moyen de colorants dispersés

Retirer l'éprouvette de textile de l'extracteur, et s'en débarrasser si elle est entièrement composée de fibres teintes au moyen de colorants dispersés et/ou si elle perd sa coloration suite à l'extraction.

### 8.3.3 Textiles teints au moyen de colorants dispersés et/ou d'autres colorants

Retirer de l'extracteur (7.2) l'éprouvette de textile extrait, si elle contient des fibres appartenant aux cas A et/ou B (voir 8.4 de l'ISO 24362-1:2014). Retirer le solvant en nettoyant l'éprouvette avec le solvant approprié, par exemple du *n*-pentane (6.3) ou de l'éther *t*-butylméthylique (6.6) et laisser sécher. Si nécessaire, couper en petits morceaux pour le clivage réducteur. Ajouter au flacon de réaction l'éprouvette de textile extrait avec la solution méthanolique du colorant dispersé (au total 7 ml) pour une réduction combinée.

## 8.4 Textiles teints au moyen de colorants autres que des colorants dispersés

Si l'éprouvette de textile contient des fibres appartenant aux cas A et/ou B (voir 8.4 de l'ISO 24362-1:2014), placer l'éprouvette directement dans un flacon de réaction.

## 8.5 Clivage réducteur

Ajouter une quantité de 9 ml de solution d'hydroxyde de sodium (6.2) à la solution méthanolique (8.3.1, 8.3.3 ou 8.4). Refermer hermétiquement le flacon de réaction et l'agiter vigoureusement.