
**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 —*

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



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14362-3:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/07fb8ec4-d01c-4556-b994-a1290dc816d6/iso-14362-3-2017>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2017, Publié en Suisse

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
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Généralités	2
5 Principe	2
6 Précautions de sécurité	2
7 Réactifs	2
8 Appareillage	3
9 Mode opératoire	5
9.1 Généralités.....	5
9.2 Préparation des éprouvettes.....	5
9.3 Extraction de matières colorantes destinée aux colorants dispersés — Préparation et extraction.....	5
9.4 Textiles teints au moyen de colorants autres que des colorants dispersés — préparation sans extraction.....	5
9.5 Clivage réducteur.....	5
9.6 Séparation et concentration du 4-aminoazobenzène.....	6
9.7 Solutions d'étalonnage.....	6
9.7.1 Solution d'étalonnage pour la préparation d'échantillon sans extraction.....	6
9.7.2 Solution d'étalonnage pour la préparation d'échantillon avec extraction.....	6
9.8 Vérification du système d'analyse.....	7
9.8.1 Préparation de l'échantillon sans extraction.....	7
9.8.2 Préparation de l'échantillon avec extraction.....	7
9.9 Analyses par chromatographie.....	7
10 Évaluation	7
10.1 Calcul.....	7
10.2 Fiabilité de la méthode.....	7
11 Rapport d'essai	7
Annexe A (informative) Analyses par chromatographie	9
Annexe B (informative) Calcul	15
Annexe C (informative) Fiabilité de la méthode	16
Annexe D (informative) Guide d'appréciation — Interprétation des résultats d'analyse	17

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 (IEC) 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/IEC, 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/IEC, 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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html

Le présent document a été élaborée par le comité technique CEN/TC 248, *Textiles et produits textiles*, du Comité européen de normalisation, en collaboration avec le comité technique TC 38, *Textiles*, de l'ISO, conformément à l'accord sur la coopération technique établi entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette première édition de l'ISO 14362-3 annule et remplace l'ISO 24362-3:2014, qui a fait l'objet d'une révision technique.

La liste qui suit récapitule les différences techniques majeures entre cette édition et l'ISO 24362-3:2014:

- ajout d'un nouvel [Article 3](#) et renumérotation;
- modifications de [7.1](#) afin de clarifier la préparation et l'utilisation de la solution de dithionite de sodium;
- modifications de [l'Article 9](#) «Mode opératoire» afin d'améliorer la méthode en incluant l'utilisation de xylène en remplacement du chlorobenzène (raisons: toxicité moindre et effets environnementaux indésirables réduits du xylène).

La liste de toutes les parties de la série ISO 14362 peut être trouvée sur le site web de l'ISO.

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 14362-1, des amines dont l'aniline et la 1,4-phénylènediamine. La présence de ces matières colorantes à base de 4-aminoazobenzène ne peut pas être déterminée de façon fiable sans informations supplémentaires (par exemple sur la structure chimique de la matière colorante colorant utilisé) ou sans mode opératoire spécifique.

Le présent document est un complément à l'ISO 14362-1 et décrit un mode opératoire spécifique permettant de détecter, dans des articles, l'utilisation de certains colorants azoïques 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); et
- accessibles par extraction des fibres (par exemple le polyester ou l'imitation du cuir).

Pour certains mélanges de fibres, il peut être nécessaire d'appliquer 9.3 et 9.4 (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 suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 14362-1:2017, *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*

3 Termes et définitions

Il n'est pas fourni de termes et définitions dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à la normalisation, disponibles aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: <http://www.electropedia.org/>.
- ISO, plateforme de navigation en ligne: <http://www.iso.org/obp>.

4 Généralités

Certains colorants azoïques peuvent libérer, par clivage réducteur du (des) groupe(s) azoïque(s), du 4-aminoazobenzène.

Tableau 1 — 4-aminoazobenzène^a

N°	Numéro CAS	Numéro d'index	Numéro CE	Substance
22	60-09-3	611-008-00-4	200-453-6	4-aminoazobenzène
^a Amine aromatique prohibée au titre du Règlement (CE) n° 1907/2006 du Parlement européen et du Conseil du 18 décembre 2006 concernant l'enregistrement, l'évaluation et l'autorisation des substances chimiques, ainsi que les restrictions applicables à ces substances (REACH), instituant une Agence européenne des produits chimiques.				

iTeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5 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 matières colorantes (pigments et/ou colorants) (voir l'ISO 14362-1).

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 dans la 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 peuvent être effectués par chromatographie (voir l'Annexe A).

En cas de détection du 4-aminoazobenzène par une méthode chromatographique, sa présence doit être confirmée en utilisant une ou plusieurs autres méthodes.

6 Précautions de sécurité

AVERTISSEMENT — Le 4-aminoazobenzène est classé en tant que substance susceptible d'être cancérogène pour l'homme.

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.

Il incombe à l'utilisateur d'employer des techniques sûres et appropriées pour la manipulation des matériaux lors de la mise en œuvre de la présente méthode d'essai. Contacter les fabricants pour obtenir des informations spécifiques telles que les fiches de données de sécurité et autres recommandations.

7 Réactifs

Sauf spécification contraire, des substances chimiques de qualité analytique doivent être utilisées.

7.1 Solution aqueuse de dithionite de sodium, $\rho = 200$ mg/ml fraîchement préparée: faire reposer la solution dans un flacon fermé pendant (55 ± 1) min, la transférer dans un bécher en verre ouvert, la faire reposer 5 min (-0 min, $+ 5$ min) et ensuite l'utiliser dans les 10 min.

7.2 Solution aqueuse d'hydroxyde de sodium, $\omega = 2$ %¹⁾.

7.3 Méthanol

7.4 Xylène (mélange d'isomères), n° CAS 1330-20-7

7.5 Éther *t*-butylméthylique

7.6 Chlorure de sodium

7.7 4-aminoazobenzène, de la plus grande pureté.

7.8 Étalons internes pour la chromatographie en phase gazeuse, par exemple en cas d'analyse par chromatographie en phase gazeuse et détecteur à spectrométrie de masse (GC-MS), un des étalons internes suivants peut être utilisé:

— étalon interne 1: naphthalène-d8, n° CAS: 1146-65-2;

— étalon interne 2: 2,4,5-trichloroaniline, n° CAS: 636-30-6;

— étalon interne 3: anthracène-d10, n° CAS: 1719-06-8.

7.9 Solutions étalons

7.9.1 Solution d'étalon interne, en solution dans l'éther *t*-butylméthylique, $\rho = 10,0$ µg/ml.

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

4-aminoazobenzène dans le méthanol, $\rho = 500$ µg/ml.

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

8 Appareillage

8.1 Appareil d'extraction, conformément 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; et
- d'une source de chaleur.

1) ω = fraction massique de 2 %.

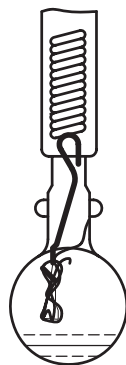


Figure 1 — Appareillage

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

8.2 Bain à ultrasons

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

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

8.5 **Évaporateur rotatif sous vide, avec contrôle du vide et bain-marie**

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

8.6 **Centrifugeuse**, plus de 3 000 r/min. ISO 14362-3:2017
ai/catalog/standards/sist/07fb8ec4-d01c-4556-b994-
a1290dc816d6/iso-14362-3-2017

8.7 **Pipettes**, de tailles définies ou variables.

8.8 **Agitateur**, assurant un mélange efficace des phases.

NOTE Un agitateur horizontal avec une fréquence minimale de 5 s^{-1} et une amplitude de 2 cm à 5 cm s'est avéré adapté.

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

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

8.9.2 **Appareil de chromatographie en phase liquide haute performance (HPLC)**, comprenant un gradient d'élution et un détecteur à barrette de diodes (DAD) ou un détecteur à sélection de masse (MS).

8.9.3 **Appareil de chromatographie en phase gazeuse (GC)** comprenant un détecteur à ionisation de flamme (FID) ou un détecteur à sélection de masse (MS).

8.9.4 **Électrophorèse capillaire (CE)** avec DAD comprenant: Membrane filtrante en PTFE (polytétrafluoroéthylène), taille de pore $0,2 \mu\text{m}$, adaptée pour l'électrophorèse capillaire.

NOTE L'[Annexe A](#) donne une description des conditions chromatographiques.

9 Mode opératoire

9.1 Généralités

Appliquer le présent document aux éprouvettes ayant donné un résultat positif (pré-échec) à l'aniline et à la 1,4-phénylènediamine ou seulement à l'aniline avec le mode opératoire 10.1 ou 10.2 de l'ISO 14362-1:2017. Choisir le mode opératoire [9.3](#) en cas de pré-échec à l'aniline avec l'ISO 14362-1:2017, 10.1 et le mode opératoire [9.4](#) en cas de pré-échec avec l'ISO 14362-1:2017, 10.2.

9.2 Préparation des éprouvettes

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

Préparer l'éprouvette par découpe de façon à obtenir une masse totale de 1 g. Pour les éprouvettes devant être soumises à l'extraction des colorants ([9.3](#)), couper en bandelettes (si l'appareil décrit en [8.1](#) est utilisé) ou en petits morceaux si d'autres appareils sont utilisés ou pour les éprouvettes devant être soumises uniquement au clivage réducteur ([9.4](#) et [9.5](#)).

9.3 Extraction de matières colorantes destinée aux colorants dispersés — Préparation et extraction

En cas de pré-échec suite à l'application de l'ISO 14362-1:2017, 10.1, une autre éprouvette textile de même composition est maintenue dans l'extracteur ([8.1](#)) pendant 30 min à 40 min au-dessus de 25 ml de xylène en ébullition, jusqu'à ce que les gouttes de solvant soient incolores. Laisser l'extrait de xylène refroidir jusqu'à la température ambiante, avant de le retirer de l'extracteur. Retirer l'éprouvette textile de l'extracteur et la jeter.

Concentrer l'extrait de xylène à siccité dans l'évaporateur à une température comprise entre 45 °C et 75 °C. Transférer ce résidu quantitativement dans le flacon de réaction avec 7 ml de méthanol ([7.3](#)) au total en utilisant un bain à ultrasons pour disperser le colorant.

Procéder ensuite au clivage réducteur ([9.5](#)).

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

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

9.4 Textiles teints au moyen de colorants autres que des colorants dispersés — préparation sans extraction

En cas de pré-échec suite à l'application de l'ISO 14362-1:2017, 10.2, placer l'éprouvette découpée directement dans un flacon de réaction.

9.5 Clivage réducteur

Ajouter une quantité de 9 ml de solution d'hydroxyde de sodium ([7.2](#)) au flacon de réaction contenant l'éprouvette ([9.4](#)) ou à la solution méthanolique ([9.3](#)). Refermer hermétiquement le flacon de réaction et l'agiter vigoureusement.

Ajouter ensuite 1,0 ml de solution aqueuse de dithionite de sodium (7.1) pour effectuer le clivage réducteur. Fermer hermétiquement le flacon de réaction et agiter le mélange vigoureusement puis le placer immédiatement et sans agitation à (40 ± 2) °C durant 30 min exactement. Le refroidir ensuite jusqu'à la température ambiante entre 20 °C et 25 °C en 1 min.

9.6 Séparation et concentration du 4-aminoazobenzène

Ajouter 5 ml d'éther *t*-butylméthylique (7.5) ou 5 ml de solution d'étalon interne (7.9.1), à la solution de réaction, respectivement. Ajouter ensuite 7 g de chlorure de sodium (7.6). Fermer hermétiquement le flacon de réaction et agiter le mélange à l'aide de l'agitateur (8.8) pendant 45 min, pour garantir un mélange efficace des phases.

Il est recommandé que le délai entre le refroidissement et l'agitation ne soit pas supérieur à 5 min. Pour assurer une séparation complète des phases, il est recommandé de centrifuger le mélange après agitation.

Pour l'analyse, transférer une aliquote de la phase éther *t*-butylméthylique dans un flacon approprié qui est immédiatement bouché. La détection et la détermination du 4-aminoazobenzène peuvent être réalisées en utilisant les techniques chromatographiques indiquées en 8.9.

Il peut être nécessaire en vue de l'analyse de changer de solvant ou de concentrer l'extrait obtenu en 9.5 et de le transférer dans un autre solvant approprié (par exemple le méthanol). L'élimination du solvant (par concentration dans l'évaporateur rotatif sous vide ou évaporation à siccité) peut entraîner une perte substantielle de 4-aminoazobenzène si cette opération n'est pas réalisée dans des conditions maîtrisées.

iTeh STANDARD PREVIEW

Concentrer si nécessaire l'extrait d'éther *t*-butylméthylique à environ 1 ml (pas jusqu'à siccité) dans un évaporateur rotatif sous vide léger, à une température maximale de 50 °C. Évaporer ensuite le reste de solvant avec précaution à pression atmosphérique en faisant passer un léger courant de gaz inerte.

Éviter si possible de changer de solvant, d'importantes pertes d'analytes pouvant se produire au cours du mode opératoire analytique en raison des effets de matrice.

Du fait de la matrice, le 4-aminoazobenzène peut être très peu stable. Des pertes importantes d'analytes peuvent être occasionnées en cas de retards dans le programme de travail.

Si l'analyse complète ne peut être effectuée dans les 24 h, le flacon doit être conservé à une température inférieure à -18 °C.

9.7 Solutions d'étalonnage

9.7.1 Solution d'étalonnage pour la préparation d'échantillon sans extraction

Ajouter respectivement 5 ml d'éther *t*-butylméthylique (7.5) ou 5 ml de solution étalon interne (7.9.1), à 100 µl de la solution d'étalonnage de 4-aminoazobenzène (7.9.2). Utiliser ce mélange pour l'étalonnage, la récupération du 4-aminoazobenzène via la séparation de phase étant de 95 % à 100 % conformément à ce mode opératoire.

Si l'amine est mesurée au-dessus de 5 mg/kg, la quantification doit être effectuée en utilisant une courbe d'étalonnage, par exemple comme dans l'ISO 14362-1.

9.7.2 Solution d'étalonnage pour la préparation d'échantillon avec extraction

Ajouter 100 µl de solution d'étalonnage de 4-aminoazobenzène (7.9.2) à 6,9 ml de méthanol (7.3), 9 ml de solution d'hydroxyde de sodium (7.2), 1 ml d'eau, 7 g de chlorure de sodium (7.6) et 5 ml d'éther *t*-butylméthylique (7.5) ou 5 ml de solution d'étalon interne (7.9.1).

Fermer hermétiquement le flacon de réaction et agiter le mélange à l'aide de l'agitateur (8.8) pendant 45 min, pour garantir un mélange efficace des phases. Pour l'analyse, prélever une aliquote de la phase éther *t*-butylméthylrique. Il convient de boucher immédiatement le flacon destiné à l'analyse.

NOTE En raison de la teneur élevée en méthanol de la matrice, des taux de récupération différents peuvent être observés. Dans ce cas, il est nécessaire de produire une courbe d'étalonnage d'au moins trois points avec une matrice contenant du méthanol.

9.8 Vérification du système d'analyse

9.8.1 Préparation de l'échantillon sans extraction

Pour vérifier le mode opératoire, traiter 100 µl de solution d'étalonnage de 4-aminoazobenzène (7.9.2) comme décrit en 9.5.

Le taux de récupération du 4-aminoazobenzène doit être au minimum de 60 %.

9.8.2 Préparation de l'échantillon avec extraction

Pour vérifier le mode opératoire, ajouter 100 µl de solution d'étalonnage de 4-aminoazobenzène (7.9.2) à 6,9 ml de méthanol. Traiter ce mélange comme décrit en 9.5.

Le taux de récupération du 4-aminoazobenzène doit être au minimum de 60 %.

9.9 Analyses par chromatographie

La détection du 4-aminoazobenzène peut être réalisée en utilisant les techniques chromatographiques indiquées en 8.9. D'autres méthodes validées peuvent être appliquées. Si l'amine est détectée par une technique chromatographique, sa présence doit être confirmée au moyen d'une ou plusieurs autres méthodes. Le résultat est positif uniquement si les deux méthodes donnent un résultat positif.

10 Évaluation

10.1 Calcul

La quantité de 4-aminoazobenzène est habituellement calculée à l'aide d'un programme informatique. Le calcul peut également être effectué manuellement, comme décrit dans l'Annexe B.

10.2 Fiabilité de la méthode

Pour la fiabilité de la méthode, voir l'Annexe C.

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comporter au moins les informations suivantes:

- une référence au présent document, à savoir l'ISO 14362-3;
- la nature, l'origine et la désignation de l'éprouvette (s'il s'agit d'une éprouvette partielle, le cas échéant);
- la date de réception et celle de l'analyse;
- le mode opératoire d'échantillonnage et le mode opératoire de préparation employés, comme décrit en 9.3 ou 9.4;
- la méthode de détection et celle de quantification;