

NORME
INTERNATIONALE

ISO
17234-1

IULTCS
IUC 20-1

Troisième édition
2020-08

**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**

*Leather — Chemical tests for the determination of certain azo
colourants in dyed leathers —*

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

[ISO 17234-1:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/6fea59b1-d754-47e1-994f-fd15941c9444/iso-17234-1-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/6fea59b1-d754-47e1-994f-fd15941c9444/iso-17234-1-2020>



Numéros de référence
ISO 17234-1:2020(F)
IULTCS/IUC 20-1:2020(F)

© ISO 2020

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 17234-1:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/6fea59b1-d754-47e1-994f-fd15941c9444/iso-17234-1-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/6fea59b1-d754-47e1-994f-fd15941c9444/iso-17234-1-2020>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8

CH-1214 Vernier, Genève

Tél.: +41 22 749 01 11

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 Généralités	1
5 Principe	3
6 Précautions de sécurité	3
7 Appareillage	3
8 Réactifs	4
9 Échantillonnage et préparation des échantillons	5
10 Mode opératoire	5
10.1 Dégraissage.....	5
10.2 Clivage réducteur.....	5
10.3 Extraction liquide-liquide.....	5
10.4 Vérification du système d'analyse.....	6
11 Analyses chromatographiques	6
12 Étalonnage	6
13 Évaluation	7
13.1 Calcul de la concentration en amine dans l'échantillon.....	7
13.2 Fiabilité de la méthode.....	7
14 Rapport d'essai	7
Annexe A (informative) Analyses chromatographiques	9
Annexe B (informative) Fiabilité de la méthode	13
Annexe C (informative) Guide d'appréciation — Interprétation des résultats d'analyse	14
Annexe D (informative) Mode opératoire d'extraction liquide/liquide sans terre de diatomées	20
Bibliographie	23

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 attirée 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 nature volontaire des normes, 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 www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré 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 IUC 20, qui a été déclarée méthode officielle à la réunion des délégués IULTCS de Cancun, Mexique, le 31 mai 2003.

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 troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 17234-1:2015), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- ajout d'un nouvel [Article 3](#);
- apport de modifications techniques à l'[Article 7](#) et à l'[Article 8](#);
- apport de modifications à l'[Article 9](#) et à l'[Article 10](#) visant à améliorer la méthode;
- développement de l'[Annexe C](#) pour inclure des exemples de résultats faussement positifs, des suggestions de modes opératoires et des suggestions d'observations à intégrer dans le rapport d'essai;

— ajout d'une nouvelle [Annexe D](#), informative.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 17234 se trouve sur le site web de l'ISO.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 17234-1:2020](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/6fea59b1-d754-47e1-994f-fd15941c9444/iso-17234-1-2020>

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

Le présent document spécifie une méthode permettant de déterminer l'utilisation de certains colorants azoïques qui peuvent libérer certaines amines aromatiques.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils 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 2418, *Cuir — Essais chimiques, physiques, mécaniques et de solidité — Emplacement de l'échantillonnage*

ISO 3696, *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 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

4 Généralités

Certains colorants azoïques peuvent libérer, par clivage réducteur d'un ou de plusieurs groupes azoïques, une ou plusieurs des amines aromatiques répertoriées dans l'Appendice 8 du Règlement européen 1907/2006, Annexe XVII^[2], et dans la norme GB 20400-2006^[3] (voir [Tableau 1](#)).

Tableau 1 — Amines aromatiques répertoriées dans l'Appendice 8 du Règlement européen 1907/2006, Annexe XVII^[2], et dans la norme GB 20400-2006^[3]

No	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	612-196-00-0	202-441-6	4-chloro- <i>o</i> -toluidine
4	91-59-8	612-022-00-3	202-080-4	2-naphtylamine
5 ^a	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 ^a	99-55-8	612-210-00-5	202-765-8	5-nitro- <i>o</i> -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- <i>m</i> -phénylènediamine 2,4-diaminoanisole
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	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	612-209-00-X	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	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	<i>o</i> -toluidine 2-aminotoluène
19	95-80-7	612-099-00-3	202-453-1	4-méthyl- <i>m</i> -phénylènediamine 2,4-toluènediamine 2,4-diaminotoluène
20	137-17-7	612-197-00-6	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 ^b	60-09-3	611-008-00-4	200-453-6	4-aminoazobenzène
23 ^c	95-68-1	612-027-00-0	202-440-0	2,4-xylidine 2,4-diméthylbenzène-1-amine
24 ^c	87-62-7	612-161-00-X	201-758-7	2,6-xylidine 2,6-diméthylbenzène-1-amine

^a Les numéros CAS 97-56-3 (n° 5) et 99-55-8 (n° 6) sont en outre réduits en numéros CAS 95-53-4 (n° 18) et 95-80-7 (n° 19).

^b Les colorants azoïques pouvant former du 4-aminoazobenzène génèrent, dans les conditions de la présente méthode, de l'aniline (numéro CAS 62-53-3) et de la 1,4-phénylènediamine (numéro CAS 106-50-3). La présence de ces colorants doit faire l'objet d'un essai selon l'ISO 17234-2.

^c Amines aromatiques supplémentaires figurant dans la norme GB 20400-2006.

5 Principe

Après dégraissage, l'échantillon de cuir est traité par une solution de dithionite après extraction avec un tampon aqueux (pH 6) à 70 °C dans un flacon étanche. Les amines libérées par le processus de clivage réducteur sont transférées dans une phase éther *t*-butylméthylique (8.5) par extraction liquide/liquide en utilisant des colonnes de terre de diatomées. L'extrait d'éther *t*-butylméthylique (8.5) est ensuite concentré dans des conditions ménagées à l'aide d'un évaporateur rotatif sous vide et le résidu est repris dans un solvant approprié, en fonction de la méthode utilisée pour doser les amines (voir [Annexe A](#)).

Le dosage des amines est réalisé par chromatographie en phase liquide haute performance (CLHP) avec un détecteur à barrette de diodes (DAD) ou un spectromètre de masse (CLHP-SM), chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire avec un spectromètre de masse (CG-SM) ou électrophorèse capillaire avec un détecteur à barrette de diodes (EC-DAD), ou qualitativement par chromatographie sur couche mince (CCM, CCMHP).

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 ou par CG-SM.

Une méthode de criblage au moyen d'une extraction liquide/liquide sans colonne de terre de diatomées est décrite à l'[Annexe D](#).

6 Précautions de sécurité

AVERTISSEMENT — Les amines aromatiques répertoriées à l'[Article 4](#) sont classées comme des substances présentant un risque cancérigène connu ou suspecté pour l'homme.

6.1 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.

6.2 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 et des gants jetables lors de la manipulation des colorants en poudre et des amines aromatiques.

6.3 Des réglementations nationales et locales en matière de sécurité peuvent s'appliquer.

7 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et, en particulier:

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

7.2 **Système de chauffage approprié**, opérant à (70 ± 2) °C.

7.3 **Colonne en polypropylène** ou **en verre**, de 25 mm à 30 mm de diamètre intérieur, de 130 mm à 150 mm de longueur, contenant 20 g de terre de diatomées, équipée d'un filtre en fibre de verre en sortie.

Il est possible soit d'acheter des colonnes de terre de diatomées préremplies et prêtes à l'emploi, soit d'introduire 20 g de terre de diatomées dans une colonne en verre ou en polypropylène présentant les dimensions susmentionnées.

7.4 **Évaporateur rotatif sous vide avec contrôle du vide et bain-marie.**

7.5 **Pipettes** de tailles requises ou variables.

7.6 **Bain à ultrasons avec thermostat.**

7.7 **Matériel de chromatographie** choisi dans la liste suivante:

7.7.1 **Système de chromatographie liquide haute performance (CLHP)** avec détecteur à barrette de diodes (DAD) ou spectromètre de masse (SM).

7.7.2 **Appareil de chromatographie gazeuse à colonne capillaire (CG)** avec spectromètre de masse (SM).

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

7.7.4 **Appareil de chromatographie en couche mince (CCM) ou appareil de chromatographie en couche mince à haute performance (CCMHP).**

NOTE L'[Annexe A](#) fournit une description des appareils de chromatographie ([7.7](#)).

8 Réactifs

Sauf spécification contraire, des produits chimiques de qualité analytique doivent être utilisés.

8.1 ***n*-hexane.**

8.2 **Solution tampon de citrate**, 0,06 mol/l, pH = 6, préchauffée à (70 ± 5) °C.

8.3 **Dithionite de sodium en solution aqueuse**, $\rho = 200$ mg/ml¹⁾, préparée extemporanément, à utiliser immédiatement après un temps de repos de 1 h dans un récipient fermé.

8.4 **Solution aqueuse d'hydroxyde de sodium**, 40 % en fraction massique.

8.5 **Éther *t*-butylméthyle.**

8.6 **Méthanol.**

8.7 **Acétonitrile.**

8.8 **Amines**, figurant dans le [Tableau 1](#) (niveau de pureté maximal disponible).

8.9 **Solutions étalons.**

8.9.1 **Solution mère des amines** ([8.8](#)), 400 µg/ml dans de l'acétate d'éthyle pour CCM.

8.9.2 **Solution mère des amines** ([8.8](#)), 200 µg/ml de chaque amine dans un solvant approprié.

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

8.9.3 **Solution étalon pour le contrôle du traitement des amines**, 30 µg d'amine par millilitre de solvant, préparée extemporanément à partir de la solution mère ([8.9.1](#) ou [8.9.2](#)) correspondant à la méthode d'analyse.

1) ρ = concentration massique.

8.9.4 Étalon interne en solution, $\rho = 10 \mu\text{g}$ d'étalon interne/ml d'éther *t*-butylméthylique (8.5).

En cas d'analyse par chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse (CG-SM), 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 (TCA), n° CAS: 636-30-6;
- étalon interne 3: anthracène-d10, n° CAS: 1719-06-8.

8.10 Eau, de qualité 3 conformément à l'ISO 3696.

9 Échantillonnage et préparation des échantillons

Le cuir doit être échantillonné conformément à l'ISO 2418 et préparé conformément à l'ISO 4044. Si l'échantillonnage conformément à l'ISO 2418 n'est pas possible (par exemple, dans le cas de cuirs de produits finis tels que des chaussures ou des vêtements), 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.

Dans le cas de patchworks de cuirs de différentes couleurs, chaque couleur doit, dans la mesure du possible, être prise en compte séparément. Pour les articles constitués de différentes qualités de cuir, des éprouvettes des différentes qualités doivent être analysées séparément.

Pour l'analyse, peser avec précision un échantillon représentatif de 1,0 g de cet échantillon de cuir dans le flacon de réaction (7.1).

10 Mode opératoire

10.1 Dégraissage

Traiter 1,0 g du cuir dans un flacon fermé de 50 ml (7.1) contenant 40 ml de *n*-hexane (8.1), dans un bain à ultrasons (7.6) à $(40 \pm 2) ^\circ\text{C}$, pendant 40 min.

Laisser décanter la couche de *n*-hexane imprégnant l'échantillon de cuir. Durant la décantation, toute perte de particules de cuir doit être évitée. Laisser évaporer le *n*-hexane résiduel au moins toute la nuit dans le flacon ouvert.

10.2 Clivage réducteur

Ajouter à l'échantillon 15 ml de solution tampon (8.9) préchauffée à $(70 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

Refermer hermétiquement le flacon de réaction et traiter pendant (30 ± 1) min à $(70 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

Ajouter ensuite 3 ml de solution aqueuse de dithionite de sodium (8.3), pour le clivage réducteur des groupes azoïques, dans le flacon de réaction; agiter vigoureusement ce dernier avant de le replacer immédiatement à $(70 \pm 2) ^\circ\text{C}$ pendant (30 ± 1) min supplémentaires. Refroidir ensuite jusqu'à température ambiante ($20 ^\circ\text{C}$ à $25 ^\circ\text{C}$) dans un délai de 2 min, au moyen d'un mélange réfrigérant de glace, d'eau et de sel.

10.3 Extraction liquide-liquide

Ajouter 1,5 ml de solution de NaOH (8.4) à la solution de réaction et agiter vigoureusement. Transférer la solution de réaction dans la colonne de terre de diatomées (7.3) et laisser la colonne l'absorber pendant 15 min.