



**Norme  
internationale**

**ISO  
17234-1**

**IULTCS  
IUC 20-1**

**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*

**Quatrième édition  
2024-12**

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

[ISO 17234-1:2024](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/5b4182fa-0285-4e2b-aa29-cdc05e89ec00/iso-17234-1-2024)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/5b4182fa-0285-4e2b-aa29-cdc05e89ec00/iso-17234-1-2024>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2024

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

Publié en Suisse

# Sommaire

Page

Avant propos.....	iv
<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>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Généralités</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Principe</b> .....	<b>3</b>
<b>6</b> <b>Précautions de sécurité</b> .....	<b>3</b>
<b>7</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>3</b>
<b>8</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>4</b>
<b>9</b> <b>Échantillonnage et préparation des échantillons</b> .....	<b>5</b>
<b>10</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>5</b>
10.1    Dégraissage.....	5
10.2    Clivage réducteur.....	5
10.3    Extraction liquide/liquide.....	5
10.4    Vérification du système d'analyse.....	6
<b>11</b> <b>Analyses chromatographiques</b> .....	<b>6</b>
<b>12</b> <b>Étalonnage</b> .....	<b>6</b>
<b>13</b> <b>Évaluation</b> .....	<b>7</b>
13.1    Calcul de la concentration en amine dans l'échantillon.....	7
13.2    Fiabilité de la méthode.....	7
<b>14</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>7</b>
<b>Annexe A</b> (informative) <b>Analyses chromatographiques</b> .....	<b>9</b>
<b>Annexe B</b> (informative) <b>Fiabilité de la méthode</b> .....	<b>12</b>
<b>Annexe C</b> (informative) <b>Guide d'appréciation — Interprétation des résultats d'analyse</b> .....	<b>13</b>
<b>Annexe D</b> (informative) <b>Mode opératoire d'extraction liquide/liquide sans terre de diatomées</b> .....	<b>19</b>
<b>Annexe E</b> (normative) <b>Colorants – Méthode de dosage de certaines amines aromatiques</b> .....	<b>22</b>
<b>Annexe F</b> (normative) <b>Cuir et colorants – Méthode de dosage des amines aromatiques libres</b> .....	<b>23</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>26</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 (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](http://www.iso.org/directives)).

L'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de brevet revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO n'avait pas reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets). L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié tout ou partie de tels droits de brevet.

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](http://www.iso.org/avant-propos).

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.

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 CEN/TC 289, *Cuir*, du Comité européen de normalisation (CEN) conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Il est basé sur la méthode IUC 20, qui a été publiée dans le *J. Soc. Leather Tech. Chem.*, **86**, pp. 299-305, 2002, et a été déclarée méthode officielle de l'IULTCS en juin 2003.

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 17234-1:2020), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- ajout des [Annexes E](#) et [E](#), normatives.

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](http://www.iso.org/fr/members.html).

# 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 doser certaines amines aromatiques dérivées de colorants azoïques.

### 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 essais de solidité — Emplacement et préparation des spécimens pour les essais*

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 <https://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<sup>[2]</sup>, et dans la norme GB 20400-2006<sup>[3]</sup> (voir [Tableau 1](#)).

**ISO 17234-1:2024(fr)**  
**IULTCS/IUC 20-1:2024(fr)**

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

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	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-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 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 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	o-anisidine 2-méthoxyaniline
22 <sup>b</sup>	60-09-3	611-008-00-4	200-453-6	4-aminoazobenzène
23 <sup>c</sup>	95-68-1	612-027-00-0	202-440-0	2,4-xylidine 2,4-diméthylbenzène-1-amine
24 <sup>c</sup>	87-62-7	612-161-00-X	201-758-7	2,6-xylidine 2,6-diméthylbenzène-1-amine

<sup>a</sup> 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).

<sup>b</sup> 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.

<sup>c</sup> 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 de sodium dans un tampon aqueux (pH 6) à 70 °C à l'intérieur d'un flacon étanche. Les amines libérées par le processus de clivage réducteur sont transférées dans une phase éther t-butylméthylque (8.5) par extraction liquide/liquide en utilisant des colonnes de terre de diatomées. L'extrait d'éther t-butylméthylque (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 (LC) couplée à un détecteur à barrette de diodes (DAD) ou à un détecteur par spectrométrie de masse (LC-MS), par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire couplée à un détecteur par spectrométrie de masse (GC-MS) ou par électrophorèse capillaire couplée à un détecteur à barrette de diodes (CE-DAD), ou qualitativement par chromatographie sur couche mince (à haute performance) (TLC, HPTLC).

Les amines doivent être identifiées à l'aide d'au moins deux méthodes de séparation chromatographique différentes pour éviter toute erreur d'interprétation possible causée par des substances interférentes (telles que les isomères de position des amines à identifier) et donc des déclarations incorrectes. La quantification des amines doit être effectuée par LC-DAD, par LC-MS ou par GC-MS.

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

Si l'analyse du colorant proprement dit est requise, la méthode décrite à l'[Annexe E](#) doit être utilisée.

Si l'analyse relative aux amines aromatiques libres résiduelles dans le cuir ou le colorant est requise, la méthode décrite à l'[Annexe F](#) doit être utilisée.

## 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

Le matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit, est utilisé.

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

**7.2 Système de chauffage approprié**, opérant à  $(70 \pm 2)$  °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 **Appareil de chromatographie en phase liquide (LC)** couplée à un détecteur à barrette de diodes (DAD) ou à un spectromètre de masse (MS).
- 7.7.2 **Appareil de chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire (GC)** couplée à un spectromètre de masse (MS).
- 7.7.3 **Appareil d'électrophorèse capillaire (CE)** couplée à un détecteur à barrette de diodes (DAD).
- 7.7.4 **Appareil de chromatographie sur couche mince (TLC)** ou **appareil de chromatographie sur couche mince à haute performance (HPTLC).**

NOTE L'[Annexe A](#) fournit une description du matériel 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  $(70 \pm 2)$  °C.
- 8.3 **Dithionite de sodium en solution aqueuse**,  $\rho = 200$  mg/ml<sup>1)</sup>, préparée extemporanément, à utiliser immédiatement après un temps de repos de 1 h dans un récipient étanche.  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/5b4182fa-0285-4e2b-aa29-cdc05e89ec00/iso-17234-1-2024>
- 8.4 **Solution aqueuse d'hydroxyde de sodium**, de fraction massique égale à 40 %.
- 8.5 **Éther t-butylméthylique.**
- 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 TLC.
- 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.

---

1)  $\rho$  = concentration massique.



**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.

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

En cas d'analyse par chromatographie en phase gazeuse et 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 (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 prélevés sur des produits finis tels que des chaussures ou des vêtements), les informations relatives au prélèvement des échantillons doivent figurer 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 spécimens des différentes qualités doivent être analysés séparément.

## 10 Mode opératoire

### 10.1 Dégraissage

Peser, à 0,01 g près, un spécimen représentatif de  $(1,0 \pm 0,1)$  g de l'échantillon de cuir dans le flacon de réaction (7.1), et ajouter 40 ml de n-hexane (8.1). Refermer le flacon (7.1) et le placer dans le bain à ultrasons (7.6) à  $(40 \pm 2)$  °C pendant  $(40 \pm 5)$  min.

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

### 10.2 Clivage réducteur

Ajouter à l'échantillon 15 ml de solution tampon (8.9) préchauffée à  $(70 \pm 2)$  °C.

Refermer hermétiquement le flacon de réaction et traiter pendant  $(30 \pm 1)$  min à  $(70 \pm 2)$  °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  $(70 \pm 2)$  °C pendant  $(30 \pm 1)$  min supplémentaires. Refroidir ensuite jusqu'à température ambiante (20 °C à 25 °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.

## ISO 17234-1:2024(fr) IULTCS/IUC 20-1:2024(fr)

Pendant ce temps, ajouter 10 ml d'éther *t*-butylméthylique (8.5) dans le flacon de réaction et agiter vigoureusement. À l'issue de la période de 15 min, laisser décanter l'éther *t*-butylméthylique (8.5) sur le sommet de la colonne et recueillir l'éluat dans un ballon à fond rond de 250 ml.

Rincer le flacon de réaction avec 10 ml d'éther *t*-butylméthylique (8.5) et transférer le solvant dans la colonne. Ensuite, verser 60 ml d'éther *t*-butylméthylique (8.5) directement sur la colonne.

Pour la détection et la quantification des amines, l'extrait d'éther *t*-butylméthylique est concentré à un volume inférieur à 5 ml (pas jusqu'à siccité) au moyen d'un évaporateur rotatif sous vide, à une température inférieure à 50 °C et à une pression d'environ 450 mbar<sup>2)</sup>. S'il est nécessaire d'utiliser un autre solvant, éliminer avec beaucoup de précaution le reste du solvant au moyen d'un faible flux de gaz inerte.

NOTE 1 L'élimination du solvant (concentration dans l'évaporateur rotatif sous vide, évaporation à siccité) peut entraîner des pertes importantes d'amines si elle est réalisée dans des conditions non contrôlées.

Compléter immédiatement l'extrait ou le résidu à 2,0 ml avec un solvant approprié pour la détection et le dosage des amines par chromatographie [acétonitrile (8.7), éther *t*-butylméthylique (8.5) ou méthanol (8.6)]. Si l'analyse complète ne peut être effectuée dans les (24 ± 1) h, conserver l'extrait à (-18 ± 3) °C; le réchauffer avec précaution jusqu'à température ambiante avant de procéder à l'analyse.

NOTE 2 Du fait de la matrice, certaines amines, telles que le 2,4-diaminotoluène et le 2,4-diaminoanisole, sont susceptibles d'être très peu stables, en particulier dans le méthanol. En cas de retards dans le programme de travail, il est possible que les amines ne soient plus détectables au moment de procéder au mesurage avec les instruments.

### 10.4 Vérification du système d'analyse

Les taux de récupération des amines doivent être conformes aux exigences minimales suivantes:

- amines n° 1 à 4, 7, 9 à 17 et 20 à 21: taux de récupération de 70 %;
- amine n° 8: taux de récupération de 20 %;
- amines n° 18, 19, 23 et 24: taux de récupération de 50 %;
- amines n° 5, 6 et 22: voir les notes du [Tableau 1](#).

Si le taux de récupération des amines n'est pas conforme à l'exigence minimale correspondante, vérifier le mode opératoire et procéder à un nouvel essai.

### 11 Analyses chromatographiques

La détection des amines aromatiques peut être réalisée au moyen des techniques chromatographiques mentionnées en 7.7 ainsi que dans les exemples décrits à l'Annexe A. D'autres méthodes validées peuvent être employées. La quantification des amines aromatiques est réalisée par LC-DAD, par LC-MS ou par GC-MS. En cas d'utilisation de la chromatographie en phase gazeuse, des étalons internes appropriés (voir 8.9.4) doivent être employés.

En cas de détection d'une amine par une méthode de chromatographie, une confirmation doit être effectuée en utilisant une ou plusieurs autres méthodes. Le résultat n'est positif que si les deux méthodes donnent un résultat positif.

### 12 Étalonnage

Utiliser la solution étalon (8.9.2) pour préparer au moins trois solutions d'étalonnage de concentrations comprises entre 2 µg/ml et 30 µg/ml.

---

2) 1 bar = 0,1 MPa = 10<sup>5</sup> Pa ; 1 MPa = 1 N/mm<sup>2</sup>

## 13 Évaluation

### 13.1 Calcul de la concentration en amine dans l'échantillon

La concentration en amine est calculée sur la base de l'aire des pics de chaque composant amine. Calculer la teneur, sous forme de fraction massique, en amine,  $w$ , en milligrammes de composant individuel par kilogramme de cuir (mg/kg) à l'aide de la [Formule \(1\)](#):

$$w = \rho_c \times \frac{A_s \times V}{A_c \times m_E} \quad (1)$$

où

$\rho_c$  est la concentration de l'amine dans la solution d'étalonnage, en microgrammes par millilitre ( $\mu\text{g/ml}$ );

$A_s$  est l'aire du pic de l'amine, en unités de surface, dans la solution échantillon;

$A_c$  est l'aire du pic de l'amine, en unités de surface, dans la solution d'étalonnage;

$V$  est le volume du spécimen selon [10.3](#) (volume final d'échantillon), en millilitres (ml) [en l'occurrence, 2 ml];

$m_E$  est la masse du spécimen de cuir, en grammes (g).

### 13.2 Fiabilité de la méthode

En ce qui concerne la fiabilité de la méthode, voir l'[Annexe B](#).

## 14 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit faire référence à la présente méthode officielle et doit fournir des informations au minimum sur les points suivants:

- a) une référence au présent document, c'est-à-dire l'ISO 17234-1:2024;
- b) l'identification de l'échantillon;
- c) le mode opératoire d'échantillonnage;
- d) tout écart par rapport au mode opératoire d'analyse, notamment toutes les opérations complémentaires effectuées;
- e) la mention des techniques d'analyse utilisées pour la détection et la confirmation;
- f) la date de l'essai;
- g) les résultats d'analyse pour les amines, en milligrammes par kilogramme (voir l'[Article 13](#)), consignés individuellement suivant les valeurs des seuils d'identification comme suit:
  - dans le cas de concentrations par composant amine inférieures ou égales à 30 mg/kg:  
à partir de l'analyse effectuée, il n'a pas été détecté de colorants azoïques ayant libéré les amines aromatiques répertoriées;
  - dans le cas de concentrations par composant amine supérieures à 30 mg/kg:  
le résultat d'analyse suggère que le cuir soumis à essai a été fabriqué ou traité en utilisant des colorants azoïques qui libèrent une ou plusieurs des amines répertoriées;
  - dans le cas de concentrations en 4-aminodiphényl et/ou 2-naphtylamine et de 4-méthoxy-m-phénylènediamine supérieures à 30 mg/kg: