
**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**

*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*



Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



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	v
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 Réactifs	3
8 Appareillage	5
9 Échantillonnage et préparation des éprouvettes	6
9.1 Généralités	6
9.2 Article textile	6
9.3 Composition des fibres	7
9.4 Cas des fibres mélangées	7
9.5 Matériaux teints au moyen de pigments	7
9.6 Couleurs	7
9.6.1 Généralités	7
9.6.2 En cas de mélange de couleurs	8
9.6.3 Préparation de l'éprouvette avec les trois couleurs	8
10 Mode opératoire	8
10.1 Extraction de colorants au xylène pour des colorants dispersés	8
10.2 Textiles teints au moyen de pigments et/ou d'autres colorants que des colorants dispersés	8
10.3 Clivage réducteur	9
10.4 Séparation et concentration des amines	9
10.5 Détection et quantification des amines	9
10.5.1 Détection de l'aniline et de la 1,4-phénylènediamine (indicatrices du 4-aminoazobenzène)	9
10.5.2 Concernant la choix du matériel de quantification / autres sources de résultats faussement positifs	10
10.6 Mode opératoire de vérification	10
10.6.1 Généralités	10
10.6.2 Étalonnage au moyen d'un étalon interne (quantification effectuée par chromatographie en phase gazeuse)	11
10.6.3 Étalonnage sans étalon interne	11
10.6.4 Récupération des amines	11
11 Évaluation	12
11.1 Généralités	12
11.2 Calcul de la concentration en amine dans l'échantillon	12
11.3 Fiabilité de la méthode	12
12 Rapport d'essai	12
Annexe A (informative) Analyses par chromatographie	14
Annexe B (informative) Fiabilité de la méthode	18
Annexe C (informative) Guide d'appréciation — Interprétation des résultats d'analyse	20
Annexe D (informative) Tableau explicatif des colorants utilisés dans divers matériaux textiles	27
Annexe E (informative) Mode opératoire d'extraction liquide/liquide sans terre de diatomées	28

Annexe F (normative) Matières colorantes — Méthodes de détermination de certaines amines aromatiques	32
Annexe G (informative) Pigments	33
Bibliographie	35

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

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 préparé 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 14362-1 annule et remplace l'ISO 24362-1:2014, qui a fait l'objet d'une révision technique.

La liste qui suit récapitule les différences techniques majeures entre cette édition et l'ISO 24362-1:2014:

- ajout d'un nouvel [Article 3](#) et renumérotation;
- modifications de [l'Article 5](#) «Principe», d'où la méthode combinée a été supprimée car il a été constaté que les résultats n'étaient pas exacts dans certains cas;
- modifications de [l'Article 9](#) «Échantillonnage et préparation des éprouvettes» afin d'inclure davantage d'explications;
- modifications de [l'Article 10](#) «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);
- extension de [l'Annexe C](#) «Guide d'appréciation-interprétation des résultats d'analyse» afin de fournir des exemples de résultats faussement positifs, modes opératoires suggérés et commentaires suggérés dans le rapport d'essai;
- ajout de [l'Annexe G](#) «Pigments».

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

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

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

Le présent document spécifie une méthode 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 accessibles aux agents réducteurs avec ou sans extraction.

Les colorants azoïques accessibles aux agents réducteurs sans extraction sont ceux utilisés pour colorer avec des pigments ou pour teindre:

- des fibres cellulosiques (par exemple le coton, la viscose);
- des fibres animales (par exemple la laine, la soie); et
- des fibres synthétiques (par exemple le polyamide, 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.

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

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*

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), l'une au moins des amines aromatiques suivantes.

Tableau 1 — Amines aromatiques ciblées^c

N°	Numéro CAS	Numéro d'index	Numéro CE	Substances
1	92-67-1	612-072-00-6	202-177-1	biphényle-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 ^a	97-56-3	611-006-00-3	202-591-2	o-aminoazotoluène 4-amino-2',3-diméthylazobenzène 4-o-tolylazo-o-toluidine
6 ^a	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'-méthylène-di-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-toluylènediamine 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 ^b	60-09-3	611-008-00-4	200-453-6	4-aminoazobenzène

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

^b 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. Si une teneur en aniline supérieure à 5 mg/kg est détectée, il convient que la présence de ces colorants soit soumise à un essai selon l'ISO 14362-3.

^c Les amines aromatiques ciblées sont les amines aromatiques prohibées 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.

5 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 (pigments et/ou teintures).

L'application de l'une des deux méthodes dépend de la nature de la ou des fibres composant l'éprouvette (constituée de fibres pures ou d'un mélange de fibres) et du traitement de coloration (processus de teinture ou d'impression). 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 xylène sous reflux. L'extract est concentré et transféré dans le flacon de réaction avec du méthanol pour une réduction ultérieure par le 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 xylène, une nouvelle éprouvette doit être préparée et retraitée par la méthode correspondant aux classes de colorants non extractibles. Lorsque la méthode correspondant aux classes de colorants non extractibles est mise en œuvre, l'éprouvette est traitée par le dithionite de sodium, dans une solution aqueuse tamponnée au citrate (pH = 6), à 70 °C, dans un flacon fermé.

Après réduction, toute amine libérée lors de ce processus est transférée dans une phase éther *t*-butylméthylique par extraction liquide-liquide sur des colonnes garnies de terre de diatomées. L'extract d'éther *t*-butylméthylique 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.

Si l'une des amines est détectée par une méthode chromatographique, sa présence doit être confirmée en utilisant une ou plusieurs méthodes alternatives.

6 Précautions de sécurité

AVERTISSEMENT — Les substances [amines] répertoriées dans l'Article 4 sont classées comme étant des substances cancérigènes connues ou suspectées 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 Xylène (mélange d'isomères), n° CAS 1330-20-7

7.2 Acétonitrile

7.3 Méthanol

7.4 Éther *t*-butylméthylique

7.5 Solution tampon de citrate/hydroxyde de sodium, pH = 6, $c = 0,06 \text{ mol/l}^{1)}$.

7.6 Solution aqueuse de dithionite de sodium, $\rho = 200 \text{ mg/ml}^{2)}$ fraîchement préparée (c'est-à-dire qu'elle doit être utilisée dans un délai maximal d'une heure).

7.7 Terre de diatomées

7.8 Substances amines — amines 1 à 4, 7 à 21 (comme spécifié dans le [Tableau 1](#)), et aniline et 1,4-phénylènediamine — étalons de pureté les plus élevés possible dans tous les cas.

7.9 Solutions étalons

7.9.1 Solution mère de toutes les amines à une concentration supérieure ou égale à $300 \text{ } \mu\text{g}$ de chaque amine par millilitre de solvant approprié.

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

7.9.2 Solution d'étalonnage des amines à usage quotidien

Diluer la solution mère ([7.9.1](#)) à une concentration $\rho = 15,0 \text{ } \mu\text{g}$ de chaque amine par millilitre d'un solvant approprié.

7.9.3 Solutions d'étalonnage des amines pour quantification, plage de concentration allant de $2 \text{ } \mu\text{g}$ à $50 \text{ } \mu\text{g}$ de chaque amine par millilitre de solvant approprié. En cas d'analyse par chromatographie en phase gazeuse, il faut ajouter $10 \text{ } \mu\text{l}$ de solution d'étalon interne ([7.9.4](#)) par millilitre avant l'injection.

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

7.9.4 Étalons internes en solution, $\rho = 1,0 \text{ mg/ml}$ dans le solvant approprié.

En cas d'analyse par chromatographie en phase gazeuse et détecteur par 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.

7.9.5 Indicateur des amines éluées en dernier: benzidine-d8, n° CAS: 92890-63-6.

$\rho = 0,5 \text{ mg/ml}$ de benzidine-d8/ml en solution ([7.9.4](#)).

La benzidine-d8 (CAS 92890-63-6) est un indicateur approprié des interférences survenant dans la dernière partie du chromatogramme GC ([10.5](#)).

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

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

1) c est la concentration en citrate.

2) ρ est la concentration massique.

8 Appareillage

8.1 Appareil d'extraction, conformément à la [Figure 1](#), 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; et
- d'une source de chaleur.

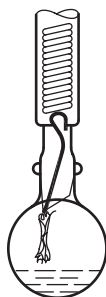


Figure 1 — Appareillage

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 $(70 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

8.5 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 ([7.7](#)) 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.

8.6 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.

8.7 Pipettes, de tailles définies ou variables.

8.8 Appareil de chromatographie, choisi parmi les suivants:

8.8.1 Appareil de chromatographie en couche mince («Thin layer chromatography» TLC) ou appareil de chromatographie en couche mince à haute performance (HPTLC), y compris le détecteur correspondant.

8.8.2 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).

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

8.8.4 Appareil d'électrophorèse capillaire (CE), à détecteur à barrette de diodes (DAD)

8.8.4.1 Membrane filtrante en PTFE (polytétrafluoroéthylène), dimension des pores 0,2 µm, adaptée pour l'électrophorèse capillaire (8.8.4).

NOTE L'Annexe A donne une description des conditions chromatographiques.

9 Échantillonnage et préparation des éprouvettes

9.1 Généralités

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

- parties de l'article textile (9.2);
- nature des composants des fibres (composition des fibres) (9.3 et 9.4);
- matériaux colorés (9.6), en particulier ceux utilisant des pigments (9.5).

Préparer l'éprouvette par découpe de l'article textile en bandelettes ou en morceaux (voir ci-dessous), de façon à obtenir une masse totale de 1 g.

Pour les éprouvettes devant être soumises à l'extraction des colorants (10.1):

- couper l'article textile en bandelettes si l'appareil décrit en 8.1 est utilisé; ou
- couper l'article textile en petits morceaux si d'autres appareils sont utilisés ou pour les éprouvettes devant être soumises au clivage réducteur uniquement (10.3).

9.2 Article textile

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

Si l'article textile se compose de plusieurs parties de produits textiles, tel qu'un vêtement, découper des éprouvettes dans toutes les parties de l'article, qui peuvent être:

- la ou les étoffes principaux;
- la ou les doublures;
- la ou les étoffes des poches;
- les broderies;
- la ou les étiquettes de l'article textile;
- le ou les cordons;
- la ou les fermetures;
- la fausse fourrure; ou
- les fils à coudre.

Si la masse de certains morceaux (par exemple les étiquettes, fils de couture, broderies de petite taille) n'atteint pas la masse à soumettre à essai (1 g), regrouper des morceaux identiques lorsque cela est possible. Si la masse totale de matériau est inférieure à 0,5 g, le matériau est considéré comme un composant mineur. (Voir C.1.)