

---

---

**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**

*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*



# Sample Document

get full document from [standards.iteh.ai](https://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](mailto:copyright@iso.org)  
[www.iso.org](http://www.iso.org)

## Sommaire

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<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>2</b>
<b>4</b> <b>Généralités</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Principe</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Précautions de sécurité</b> .....	<b>2</b>
<b>7</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>2</b>
<b>8</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>3</b>
<b>9</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>5</b>
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
<b>10</b> <b>Évaluation</b> .....	<b>7</b>
10.1    Calcul.....	7
10.2    Fiabilité de la méthode.....	7
<b>11</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>7</b>
<b>Annexe A (informative) Analyses par chromatographie</b> .....	<b>9</b>
<b>Annexe B (informative) Calcul</b> .....	<b>15</b>
<b>Annexe C (informative) Fiabilité de la méthode</b> .....	<b>16</b>
<b>Annexe D (informative) Guide d'appréciation — Interprétation des résultats d'analyse</b> .....	<b>17</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'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](http://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](http://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<sup>a</sup>

N°	Numéro CAS	Numéro d'index	Numéro CE	Substance
22	60-09-3	611-008-00-4	200-453-6	4-aminoazobenzène
<sup>a</sup> 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.				

### 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  $(55 \pm 1)$  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**,  $\omega = 2$  %<sup>1)</sup>.

**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 serpentin 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)  $\omega$  = fraction massique de 2 %.