

---

---

**Cuir — Essais chimiques — Dosage des  
agents de conservation (TCMTB, PCMC,  
OPP, OIT) dans le cuir par  
chromatographie en phase liquide**

*Leather — Chemical tests — Determination of the preservative  
(TCMTB, PCMC, OPP, OIT) content in leather by liquid chromatography*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 13365:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/30c10bd2-a9bb-4da7-a302-fd1ec9706395/iso-13365-2011>



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 13365:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/30c10bd2-a9bb-4da7-a302-fd1ec9706395/iso-13365-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/30c10bd2-a9bb-4da7-a302-fd1ec9706395/iso-13365-2011>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2011

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## 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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

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.

L'ISO 13365 a été élaborée par le comité technique CEN/TC 289, *Cuir*, du Comité européen de normalisation (CEN), en collaboration avec la Commission d'essais chimiques de l'Union internationale des sociétés de techniciens et chimistes du cuir (commission IUC, IULTCS), conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne). Cette méthode est techniquement similaire à la méthode de l'IUC 29.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/30c10bd2-a9bb-4da7-a302->

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.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 13365:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/30c10bd2-a9bb-4da7-a302-fd1ec9706395/iso-13365-2011>

# Cuir — Essais chimiques — Dosage des agents de conservation (TCMTB, PCMC, OPP, OIT) dans le cuir par chromatographie en phase liquide

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage des agents de conservation suivants:

- 2-(thiocyanométhylthio)-benzothiazole (TCMTB),
- 4-chloro-3-méthylphénol (PCMC),
- 2-phénylphénol (OPP),
- 2-octylisothiazol-3(2H)-one (OIT),

dans le cuir, par chromatographie en phase liquide.

Les agents de conservation sont nécessaires pour protéger le cuir des attaques microbiologiques.

NOTE Les agents de conservation 4-chloro-3-méthylphénol (PCMC) et 2-phénylphénol (OPP) peuvent également être déterminés conformément à l'ISO 17070 et quantifiés par chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse (CG/SM).

## 2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application 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 (y compris les éventuels amendements) s'applique.

ISO 2418, *Cuir — Essais chimiques, physiques, mécaniques et de solidité — Emplacement de l'échantillonnage*

ISO 4044, *Cuir — Essais chimiques — Préparation des échantillons pour essais chimiques*

ISO 4684, *Cuir — Essais chimiques — Détermination des matières volatiles*

## 3 Principe

L'échantillon de cuir est extrait au moyen d'un solvant approprié en utilisant des ondes ultrasonores. L'extrait filtré est analysé par chromatographie liquide à haute performance (CLHP) avec détecteur ultraviolet (UV).

## 4 Réactifs

4.1 **TCMTB**, 99,7 % minimum.

- 4.2 **Solution mère de TCMTB**, 500 mg/l dans l'acétonitrile.
- 4.3 **PCMC**, 99,5 % minimum.
- 4.4 **Solution mère de PCMC**, 500 mg/l dans l'acétonitrile.
- 4.5 **OPP**, 99,5 % minimum.
- 4.6 **Solution mère d'OPP**, 500 mg/l dans l'acétonitrile.
- 4.7 **OIT**, 97,0 % minimum.
- 4.8 **Solution mère d'OIT**, 500 mg/l dans l'acétonitrile.
- 4.9 **Acétonitrile**, de qualité CLHP.
- 4.10 **Eau**, de qualité CLHP.

## 5 Appareillage et matériaux

Un appareillage courant de laboratoire est requis et, en particulier, ce qui suit.

- 5.1 **Balance analytique**, d'une exactitude de 0,1 mg.
- 5.2 **Système CLHP**, avec détecteur UV ou autres détecteurs adaptés.
- 5.3 **Colonne de séparation**, phase inverse C8 ou C18 avec la pré-colonne correspondante.
- 5.4 **Bain à ultrasons**, par exemple 40 kHz. [ISO 13365:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/30c10bd2-a9bb-4da7-a302-111111111111/iso-13365-2011)
- 5.5 **Membrane filtrante**, en polyamide, 0,45 µm. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/30c10bd2-a9bb-4da7-a302-111111111111/iso-13365-2011>

## 6 Mode opératoire

### 6.1 Échantillonnage et préparation des échantillons

Lorsque cela est possible, échantillonner conformément à l'ISO 2418 et broyer conformément à l'ISO 4044. Si l'échantillonnage conformément à l'ISO 2418 est impossible (par exemple dans le cas de cuirs prélevés sur des produits finis comme les chaussures ou les vêtements), les détails concernant l'échantillonnage doivent être joints au rapport d'essai.

Les éléments humides tels que le cuir wet-blue et wet-white doivent être séchés comme décrit dans l'ISO 4044 avant d'être broyés.

### 6.2 Préparation de la solution d'analyse

Peser ( $1 \pm 0,01$ ) g de cuir broyé à 0,001 g près dans une fiole conique de 100 ml. Prélever 20 ml d'acétonitrile (4.9) à l'aide d'une pipette et l'ajouter au cuir. L'échantillon de cuir est extrait dans un bain à ultrasons (5.4) pendant  $1 \text{ h} \pm 5 \text{ min}$  (80 % de la puissance des ultrasons) à température ambiante. Pendant l'extraction, la température du mélange augmente jusqu'à 35 °C environ.

Par la suite, une partie de l'extrait est filtrée au moyen d'une membrane filtrante (5.5) dans un flacon approprié.

Le filtrat est analysé par CLHP (5.2) et les agents de conservation détectés sont quantifiés.

### 6.3 Conditions chromatographiques

#### Proposition:

Colonne de séparation: colonne phase inverse (C18 HD, 250 mm/4 mm, 100 Å, 5 µm) avec pré-colonne

Débit: 0,8 ml/min

Phase mobile: A: eau, B: acétonitrile

Gradient: 60 % B pendant 6 min isocratique, puis linéaire à 95 % B en 9 min

Four à colonne: 30 °C

Détecteur UV: 275 nm

Volume d'injection: 20 µl

### 6.4 Étalonnage

L'étalonnage est effectué au moyen d'un étalon externe. Préparer les dilutions adéquates (dans de l'acétonitrile) de solutions mères d'agents de conservation (4.2, 4.4, 4.6, et 4.8). L'étalonnage doit être effectué au moyen de six niveaux de concentration au moins. Il est effectué en traçant un graphique de la surface de pic de l'agent de conservation en fonction de sa concentration, en microgrammes par millilitre (µg/ml).

Des concentrations d'agents de conservation très différentes pouvant être attendues, il n'est pas possible d'en couvrir la totalité avec une seule courbe d'étalonnage.

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 13365:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/30c10bd2-a9bb-4da7-a302-fd1ec9706395/iso-13365-2011>

### 7 Calcul

Calculer la fraction massique,  $w_i$ , de chaque agent de conservation détecté, en milligrammes par kilogramme (mg/kg) de cuir au moyen de l'équation suivante:

$$w_i = \frac{\rho V F \times 1000}{m \times 1000}$$

où

$w_i$  est la fraction massique, exprimée en milligrammes par kilogramme (mg/kg), d'un agent de conservation particulier dans le cuir;

$\rho$  est la concentration massique d'agent de conservation obtenue à partir de l'étalonnage, en microgrammes par millilitre (µg/ml);

$V$  est le volume extrait, en millilitres (ml);

$F$  est le facteur de dilution;

$m$  est la masse de l'échantillon, en grammes (g).

La fraction massique de chaque agent de conservation est donnée en milligrammes par kilogramme (mg/kg) arrondie à 0,1 mg près.

La fraction massique d'agent de conservation rapportée à la matière sèche, conformément à l'ISO 4684, peut être calculée au moyen de l'équation suivante:

$$w_{dm} = w D$$

où

$w_{dm}$  est la fraction massique d'agent de conservation, exprimée en milligrammes par kilogramme (mg/kg) de l'échantillon, rapportée à la matière sèche;

$w$  est la fraction massique d'agent de conservation, exprimée en milligrammes par kilogramme (mg/kg), de l'échantillon soumis à essai;

$D$  est le facteur de calcul de la matière sèche

$$D = \frac{100}{100 - w_v}$$

$w_v$  est la fraction massique de matière volatile, selon l'ISO 4684, exprimée en pourcentage.

## 8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comprendre les informations suivantes:

- a) la référence à la présente Norme internationale, c'est-à-dire l'ISO 13365:2011;
- b) le type, l'origine et la désignation du produit analysé ainsi que la méthode d'échantillonnage utilisée;
- c) le type de détection pour la chromatographie en phase liquide;
- d) le résultat d'analyse de la fraction massique de chaque agent de conservation, en milligrammes par kilogramme (mg/kg) arrondi à une décimale près;
- e) tout écart par rapport au mode opératoire d'analyse.

## Bibliographie

- [1] ISO 17070, *Cuir — Essais chimiques — Détermination de la teneur en pentachlorophénol*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 13365:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/30c10bd2-a9bb-4da7-a302-fd1ec9706395/iso-13365-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/30c10bd2-a9bb-4da7-a302-fd1ec9706395/iso-13365-2011>