

NORME ISO
INTERNATIONALE 18218-1
IULTCS/IUC 28-1

Première édition
2015-06-15

**Cuir — Détermination des
alkylphénols éthoxylés —**

**Partie 1:
Méthode directe**

Leather — Determination of ethoxylated alkylphenols —

Part 1: Direct method
iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 18218-1:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1e2e78a9-32c8-4c7f-8870-0af5b41f54ef/iso-18218-1-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1e2e78a9-32c8-4c7f-8870-0af5b41f54ef/iso-18218-1-2015>



Numéros de référence
ISO 18218-1:2015(F)
IULTCS/IUC 28-1:2015(F)

© ISO 2015

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 18218-1:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1e2e78a9-32c8-4c7f-8870-0af5b41f54ef/iso-18218-1-2015>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2015

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
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Appareillage et matériaux	1
5 Produits chimiques	2
6 Échantillonnage	3
7 Préparation et analyse des échantillons	3
7.1 Extraction.....	3
7.2 Analyse.....	3
7.3 Étalonnage.....	3
7.4 Calcul.....	4
8 Rapport d'essai	4
Annexe A (informative) Conditions opératoires de l'analyse chromatographique	5
Bibliographie.....	7

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 18218-1:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1e2e78a9-32c8-4c7f-8870-0af5b41f54ef/iso-18218-1-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1e2e78a9-32c8-4c7f-8870-0af5b41f54ef/iso-18218-1-2015>

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'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](http://www.iso.org/standards/information).

L'ISO 18218-1 a été élaborée 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).

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.

L'ISO 18218 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Cuir — Détermination des alkylphénols éthoxylés*:

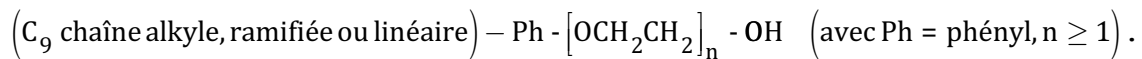
- *Partie 1: Méthode directe*
- *Partie 2: Méthode indirecte*

Introduction

L'éthoxylate de nonylphénol appartient à la famille des agents tensio-actifs non ioniques. La biodégradation de l'éthoxylate de nonylphénol libère du nonylphénol ramifié, qui est un polluant persistant. Le nonylphénol est une substance agissant sur le système hormonal, il est toxique pour les organismes d'origine hydrique et de nombreux autres organismes. Il convient donc d'éviter la libération d'éthoxylate de nonylphénol dans l'environnement.

En 2003, la Directive européenne 2003/53/CE a restreint la mise sur le marché et l'emploi du nonylphénol et de l'éthoxylate de nonylphénol dans les préparations de produits pour les industries avec rejets dans les eaux usées. Les préparations dans lesquelles la teneur en éthoxylate de nonylphénol ou en nonylphénol est supérieure ou égale à 0,1 % ont été interdites. Cette Directive fait partie intégrante du Règlement européen 1907/2006 (REACH).

Aucune composition détaillée de l'éthoxylate de nonylphénol ne peut être donnée, la formule semi-développée suivante a ainsi été attribuée à cette substance chimique:



Pour englober le groupe des éthoxylates de 4-nonylphénol, ramifiés et linéaires, l'Agence européenne des produits chimiques (ECHA) a défini cette substance de la manière suivante: *Substance éthoxylée, à base de 4-nonylphénol ramifié et linéaire [substances présentant une chaîne alkyle linéaire et/ou ramifiée, comportant 9 atomes de carbone liés par covalence en position 4 au phénol, éthoxylées, correspondant aux substances UVCB et aux substances bien définies, aux polymères et leurs homologues qui incluent un ou plusieurs isomères et/ou des combinaisons de ceux-ci]*

Des agents tensio-actifs à base d'éthoxylate de nonylphénol et d'éthoxylate d'octylphénol ont été utilisés dans l'industrie du cuir. En revanche, le nonylphénol et l'octylphénol, qui sont des substances insolubles dans l'eau, n'ont pas été utilisés. De ce fait, deux modes opératoires analytiques différents ont été élaborés pour analyser les échantillons de cuir.

La présente partie de l'ISO 18218 spécifie une méthode de détermination directe de la teneur en alkylphénol éthoxylé. Cette méthode est efficace pour analyser un grand nombre d'échantillons de cuir. L'analyse est effectuée par chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP) couplée à la spectrométrie de masse en tandem avec un analyseur à triple quadripôle, afin d'identifier les éthoxylates de nonylphénol et d'octylphénol.

L'ISO 18218-2 spécifie une méthode d'analyse de l'alkylphénol. L'alkylphénol éthoxylé est clivé pour former l'alkylphénol, lequel est identifié en utilisant un équipement de chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP) ou de chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG-SM). Cette méthode peut également servir à déterminer indirectement la teneur en éthoxylate d'alkylphénol dans le cuir et les produits auxiliaires de traitement.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 18218-1:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1e2e78a9-32c8-4c7f-8870-0af5b41f54ef/iso-18218-1-2015>

Cuir — Détermination des alkylphénols éthoxylés —

Partie 1: Méthode directe

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 18218 spécifie une méthode de détermination des alkylphénols éthoxylés (éthoxylate de nonylphénol [NPEO_n, où $1 \leq n \leq 16$] et éthoxylate d'octylphénol [OPEO_n, où $1 \leq n \leq 16$]) dans le cuir. Cette méthode d'analyse directe convient particulièrement lorsque les alkylphénols éthoxylés doivent être dosés sur un grand nombre d'échantillons de cuir.

L'analyse est effectuée par chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP) couplée à la spectrométrie de masse en tandem avec un analyseur à triple quadripôle, afin d'identifier et de quantifier les alkylphénols éthoxylés.

NOTE 1 Parmi les alkylphénols éthoxylés disponibles dans le commerce, celui qui est le plus utilisé dans l'industrie du cuir est l'éthoxylate de nonylphénol contenant en moyenne 9 groupes éthoxy. La température de trouble dans l'eau de cette substance est optimale compte tenu des températures généralement utilisées pour le traitement du cuir, qui sont comprises entre 40 °C et 55 °C.

NOTE 2 L'ISO 18218-1 et l'ISO 18218-2 impliquent l'utilisation de solvants différents pour l'extraction des alkylphénols éthoxylés du cuir. Par conséquent, on peut s'attendre à ce que les résultats obtenus en suivant l'une des deux méthodes analytiques soient comparables à ceux obtenus en suivant la seconde méthode, mais non nécessairement identiques, pour ce qui concerne la teneur en alkylphénols éthoxylés dans le cuir.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1e2e78a9-32c8-4c7f-8870-0af5b41f54ef/iso-18218-1-2015>

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition de la publication à laquelle il est fait référence (y compris tous les amendements) s'applique.

ISO 2418, *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*

3 Principe

L'échantillon de cuir est extrait dans du méthanol en utilisant un bain à ultrasons. Ensuite, une portion aliquote de la solution peut être directement analysée, après filtrage, sans purification supplémentaire, par chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP) couplée à la spectrométrie de masse en tandem avec un analyseur à triple quadripôle (SM-SM).

4 Appareillage et matériaux

Appareillage courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit:

4.1 Bain à ultrasons, à température réglable, permettant de maintenir une température de (70 ± 5) °C.

- 4.2 **Récipient en verre muni d'un bouchon à vis** (une contenance de 22 ml a été jugée appropriée).
- 4.3 **Seringue en polypropylène ou en polyéthylène**, 2 ml.
- 4.4 **Filtres à membrane pour seringue**, ayant une porosité de 0,2 µm, à utiliser avec la seringue (4.3).
- 4.5 **Fioles jaugées**, de 10 ml et de 100 ml.
- 4.6 **Balance analytique**, précise à 1 mg près.
- 4.7 **Pipettes**, de plusieurs dimensions, de 1 ml à 5 ml.
- 4.8 **Instruments analytiques**, chromatographe pour CLHP à élution par gradient, couplé à un spectromètre de masse à triple quadripôle (CLHP-SM-SM).

5 Produits chimiques

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

5.1 Méthanol.

5.2 **Éthoxylate de nonylphénol**, NPEO_n où n = 9 – 10, N° CAS: 68412-54-4, Sigma-Aldrich® N° de Produit T9284 (IGEPAL® CO-630)¹⁾, de qualité technique.

NOTE L'appellation commerciale ci-dessus est donnée en vue d'améliorer la comparabilité des résultats d'essai obtenus par différents laboratoires. Les éthoxylates de nonylphénol disponibles dans le commerce contiennent des groupes d'éthoxylate de nonylphénol à chaîne linéaire ou ramifiée; ainsi, utiliser un produit différent peut conduire à des résultats différents. Seules des substances chimiques de qualité technique sont actuellement disponibles auprès des fournisseurs de produits chimiques pour un usage en laboratoire.

5.3 **Éthoxylate d'octylphénol**, OPEO_n où n = 9 – 10, N° CAS: 9002-93-1, Sigma-Aldrich® N° de Produit: 542334 (Triton™ X-100)¹⁾, de qualité technique.

NOTE L'appellation commerciale ci-dessus est donnée en vue d'améliorer la comparabilité des résultats d'essai obtenus par différents laboratoires. Les éthoxylates d'octylphénol disponibles dans le commerce contiennent des groupes d'éthoxylate d'octylphénol à chaîne linéaire ou ramifiée; ainsi, utiliser un produit différent peut conduire à des résultats différents. Seules des substances chimiques de qualité technique sont actuellement disponibles auprès des fournisseurs de produits chimiques pour un usage en laboratoire.

5.4 **Solutions mères d'éthoxylate de nonylphénol et d'éthoxylate d'octylphénol**, ρ = 250 µg/ml.

Dans différentes fioles jaugées de 100 ml (4.5), dissoudre séparément 25 mg de chaque éthoxylate d'alkylphénol (5.2 et 5.3) avec du méthanol (5.1) et remplir jusqu'au trait de jauge.

5.5 **Solutions étalons d'éthoxylate de nonylphénol et d'éthoxylate d'octylphénol.**

Pour chaque éthoxylate d'alkylphénol, préparer quatre solutions étalons de ρ = 2,5 µg/ml, ρ = 5 µg/ml, ρ = 10 µg/ml et ρ = 50 µg/ml en utilisant la solution mère correspondante (5.4).

5.6 **Acide formique.**

1) Sigma-Aldrich® N° de Produit T9284 (IGEPAL® CO-630) et Sigma-Aldrich® N° de Produit 542334 (Triton™ X-100) sont des exemples de produits appropriés disponibles dans le commerce. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO ou la FIL approuvent ou recommandent l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

5.7 **Eau**, désionisée ou distillée, de qualité 3 selon l'ISO 3696.

6 Échantillonnage

L'échantillonnage doit être réalisé conformément à l'ISO 2418. S'il est impossible d'effectuer l'échantillonnage conformément à l'ISO 2418 (par exemple, pour les cuirs de produits finis comme les chaussures, les vêtements, etc.), les informations relatives au prélèvement des échantillons doivent être fournies dans le rapport d'essai. Les résidus de colle adhérant aux échantillons de cuir doivent être éliminés de manière mécanique.

Les échantillons de cuir doivent être découpés en petits morceaux ou broyés conformément à l'ISO 4044. Les dimensions des morceaux ne doivent dépasser 2 à 3 mm.

7 Préparation et analyse des échantillons

7.1 Extraction

Dans un récipient en verre muni d'un bouchon à vis (4.2), peser environ 1 g de l'échantillon de cuir, avec une exactitude de 10 mg. Ajouter 10 ml de méthanol (5.1), fermer le récipient puis extraire l'échantillon pendant (60 ± 5) min dans un bain à ultrasons (4.1) à (70 ± 5) °C.

NOTE Cette méthode peut également être utilisée pour analyser des produits auxiliaires pour le cuir, en plaçant une portion de ce type de produit dans le récipient en verre muni d'un bouchon à vis (4.2) à la place de l'échantillon de cuir. Le produit auxiliaire doit être soluble dans le méthanol ou, dans le cas contraire, la solution d'extraction doit être centrifugée pour obtenir un extrait limpide.

7.2 Analyse

Après avoir laissé la solution d'extraction refroidir à la température ambiante, prélever une portion aliquote de cette solution au moyen d'une seringue jetable (4.3) et la verser dans un flacon à échantillon pour CLHP en utilisant un filtre pour seringue (4.4). La portion aliquote est désormais prête pour l'analyse par CLHP.

La détection des éthoxylates d'alkylphénol est effectuée au moyen d'un chromatographe pour CLHP à élution par gradient couplé à un spectromètre de masse à triple quadripôle (4.8). L'Annexe A fournit des lignes directrices pour la sélection de conditions chromatographiques adaptées.

7.3 Étalonnage

Les quatre solutions étalons (5.5) doivent être versées dans un flacon pour CLHP et analysées en même temps que tous les échantillons pour essai analysés. L'aire du pic des quatre solutions étalons (5.5) analysées est utilisée pour tracer une courbe d'étalonnage.