

NORME
INTERNATIONALE

ISO
18219

IULTCS/IUC 30

Première édition
2015-09-15

**Cuir — Dosage des hydrocarbures
chlorés dans le cuir — Méthode
chromatographique pour les paraffines
chlorées à chaîne courte (PCCC)**

*Leather — Determination of chlorinated hydrocarbons in leather —
Chromatographic method for short-chain chlorinated paraffins (SCCP)*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 18219:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ee7b989-be83-49cd-85a4-87ea570c6ccb/iso-18219-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ee7b989-be83-49cd-85a4-87ea570c6ccb/iso-18219-2015>



Numéros de référence
ISO 18219:2015(F)
IULTCS/IUC 30:2015(F)

© ISO 2015

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 18219:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ee7b989-be83-49cd-85a4-87ea570c6ccb/iso-18219-2015>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2015, 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.....	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	2
7 Préparation et analyse des échantillons	2
7.1 Préparation de la solution d'étalonnage de PCCC (50 µg/ml) présentant un degré de chloration de 59 %.....	2
7.2 Extraction du cuir.....	3
7.3 Purification.....	3
7.4 Détermination par CG/SM.....	3
8 Évaluation	3
9 Rapport d'essai	4
Annexe A (informative) Paramètres de fonctionnement de l'analyse chromatographique.....	5

ITeH STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 18219:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ee7b989-be83-49cd-85a4-87ea570c6ccb/iso-18219-2015>

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.

(standards.iteh.ai)

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://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ce7b989-be83-49cd-83a4-87ea570c6ccb/iso-18219-2015).

L'ISO 18219 a été élaborée par la Commission des essais chimiques de l'Union internationale des sociétés de techniciens et chimistes du cuir (commission UIC, 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.

Introduction

Les paraffines chlorées à chaîne courte (PCCC) sont considérées comme dangereuses pour l'environnement car elles sont très toxiques pour les organismes aquatiques et peuvent avoir des effets nocifs à long terme sur l'environnement aquatique.

En 2002, la Directive européenne 2002/45/CE a spécifié des restrictions applicables à la vente et à l'utilisation des paraffines chlorées à chaîne courte (C₁₀ - C₁₃) dans les préparations de produits pour la nourriture du cuir. Les préparations ayant une concentration en PCCC supérieure ou égale à 1 % ont ainsi été interdites. Cette Directive fait partie intégrante du Règlement européen 1907/2006 (REACH). En octobre 2008, dans le cadre de ce Règlement européen, les paraffines chlorées à chaîne courte ont été ajoutées à la liste des substances identifiées en vue d'une classification en tant que substances extrêmement préoccupantes (SVHC).

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 18219:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ee7b989-be83-49cd-85a4-87ea570c6ccb/iso-18219-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ee7b989-be83-49cd-85a4-87ea570c6ccb/iso-18219-2015>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 18219:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ee7b989-be83-49cd-85a4-87ea570c6ccb/iso-18219-2015>

Cuir — Dosage des hydrocarbures chlorés dans le cuir — Méthode chromatographique pour les paraffines chlorées à chaîne courte (PCCC)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par chromatographie permettant de déterminer la quantité de paraffines chlorées à chaîne courte (PCCC) C₁₀-C₁₃ présente dans les cuirs traités et non traités.

L'[Annexe A](#) est donnée à titre d'information uniquement.

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 du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

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*

3 Principe

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ee7b989-be83-49cd-85a4-87ea570c6cch/iso-18219-2015>

L'échantillon pour essai est extrait en utilisant du *n*-hexane à 60 °C dans un bain à ultrasons pendant 60 min. Après purification par extraction en phase solide, une aliquote est analysée en utilisant un chromatographe en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse fonctionnant en mode ionisation chimique (CG-ECNI-SM).

Il est également possible d'utiliser un système de chromatographie en phase liquide couplé à un spectromètre de masse à simple quadripôle (CL-SM) ou à triple quadripôle (CL-SM/SM), à condition que l'utilisateur démontre que l'exactitude de mesure d'un tel système équivaut à celle de la méthode par CG-ECNI-SM.

4 Appareillage et matériaux

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

4.1 Balance analytique.

4.2 **Récipient à couvercle hermétique**, d'une contenance de 20 ml, convenant pour l'extraction avec du *n*-hexane.

4.3 **Bain à ultrasons** (à température contrôlée).

4.4 **Pipette**, de capacité comprise entre 1 ml et 10 ml.

4.5 **Fiole jaugée**, de 2 ml.

4.6 Système d'extraction en phase solide, avec dispositif sous vide et cartouches SPE en phase normale, par exemple 500 mg/6 ml, telles que des colonnes Chromabond, adsorbant: SiOH, 6 ml, 500 mg.

4.7 Membrane filtrante en PTFE.

4.8 Chromatographe en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse fonctionnant en mode ionisation chimique (CG-ECNI-SM).

5 Produits chimiques

Sauf indication contraire, utiliser des produits chimiques de qualité réactif analytique.

5.1 *n*-hexane, n° CAS¹⁾: 110-54-3.

5.2 Dichlorométhane, n° CAS: 75-09-2.

5.3 Solution étalon interne, 1,1,1,3,10,11-hexachloroundécane, n° CAS: 601523-28-8, 1 000 µg/ml.

NOTE D'autres étalons internes appropriés peuvent être utilisés.

5.4 Solutions étalons, PCCC, C₁₀-C₁₃, ayant différents teneurs en chlore, à 100 µg/ml chacune:

5.4.1 PCCC C₁₀-C₁₃ ayant une teneur en Cl de 55,5 %, de qualité technique.

5.4.2 PCCC C₁₀-C₁₃ ayant une teneur en Cl de 63 %, de qualité technique.

NOTE Ces solutions étalons de PCCC sont disponibles dans le commerce.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ee7b989-be83-49cd-85a4-87ea570c6ccb/iso-18219-2015>

5.5 Azote gazeux.

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 broyés ou découpés en petits morceaux de 2 mm à 3 mm maximum, conformément à l'ISO 4044.

7 Préparation et analyse des échantillons

7.1 Préparation de la solution d'étalonnage de PCCC (50 µg/ml) présentant un degré de chloration de 59 %

533 µl de la solution étalon de PCCC C₁₀-C₁₃ ayant une teneur en Cl de 55,5 % (5.4.1) et 467 µl de la solution étalon de PCCC C₁₀-C₁₃ ayant une teneur en Cl de 63 % (5.4.2) sont versés dans une fiole jaugée de 2 ml (4.5). Ajouter 20 µl de solution étalon interne (5.3) dans la fiole et compléter au volume avec du *n*-hexane (5.1).

1) Chemical Abstracts Service.

La solution d'étalonnage ayant une teneur en chlore de 59 % doit être utilisée pour la quantification avec tous les échantillons, quel que soit leur degré de chloration (si celui-ci est connu).

7.2 Extraction du cuir

Peser un échantillon de cuir de $0,5 \text{ g} \pm 0,001 \text{ g}$ dans le récipient à couvercle hermétique (4.2) au moyen de la balance analytique (4.1). Ajouter 9,9 ml de *n*-hexane (5.1) et 100 µl d'étalon interne (5.3), fermer hermétiquement le récipient et procéder à l'extraction à 60° C dans un bain à ultrasons (4.3) pendant $60 \text{ min} \pm 2 \text{ min}$.

7.3 Purification

Les cartouches SPE (4.6) sont prétraitées avec 2 ml de *n*-hexane (5.1) par 100 mg d'adsorbant. Les cartouches ne doivent pas être séchées au cours du prétraitement, ni après. La solution d'extraction (7.2) est décantée à travers les cartouches et l'éluat est recueilli dans un nouveau récipient. La cartouche est rincée au-dessus du récipient en versant 5 ml d'un mélange à 50:50 (fraction volumique) de *n*-hexane (5.1) et de dichlorométhane (5.2). Cette solution est réduite à 1,0 ml en utilisant un léger courant d'azote, filtrée sur une membrane filtrante en PTFE (4.7) puis versée dans un flacon pour CG/SM.

7.4 Détermination par CG/SM

La solution est analysée par CG-ECNI-SM (4.8). Un exemple de méthode de CG-ECNI-SM appropriée est donné dans l'Annexe A.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

8 Évaluation

Les surfaces de pics obtenues à partir des quatre signaux *m/z* de l'étalon sont additionnées et mises en corrélation avec la concentration de l'étalon. Les surfaces de pics des échantillons sont également additionnées et la concentration est calculée par rapport à la réponse obtenue avec l'étalon.

Un étalon, utilisé comme étalon de référence, est analysé tous les dix échantillons et à la fin de la série analytique en vue de contrôler la linéarité du système d'analyse. Il convient que l'écart par rapport à l'étalon se situe dans une plage de $\pm 20 \%$; dans le cas contraire, le système d'analyse doit être vérifié avant de recommencer l'analyse.

Il convient de toujours diluer les extraits d'échantillon de façon à obtenir des concentrations comprises dans la plage de concentrations de l'étalon.

L'intégration des échantillons doit être effectuée uniquement dans la plage de temps de rétention de l'étalon.

La teneur du cuir en paraffines chlorées à chaîne courte est calculée selon la Formule (1) en fraction massique *w*, en mg/kg:

$$w = \frac{A_{SCCP-S} \cdot c_{SCCP-Std} \cdot V}{A_{SCCP-Std} \cdot m_S} \cdot \frac{A_{int.Std}}{A_{int.S}} \cdot \frac{c_{int.S}}{c_{int.Std}} \quad (1)$$

où

A_{SCCP-S} est la somme des surfaces de pic des PCCC dans l'échantillon;

$A_{SCCP-Std}$ est la somme des surfaces de pic des PCCC dans l'étalon;

$c_{SCCP-Std}$ est la concentration du PCCC dans l'étalon (µg/ml);

V est le volume final (ml);

m_S est la masse de l'échantillon (g);