

NORME ISO  
INTERNATIONALE 18218-2  
**IULTCS/IUC 28-2**

Deuxième édition  
2019-06

---

---

**Cuir — Détermination des  
alkylphénols éthoxylés —**

**Partie 2:  
Méthode indirecte**

*Leather — Determination of ethoxylated alkylphenols —*

*Part 2: Indirect method*

*iTech Standards*  
**(<https://standards.iteh.ai>)**  
**Document Preview**

[ISO 18218-2:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/d3bc6106-9b25-4972-8d6b-1e4cec3478c6/iso-18218-2-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/d3bc6106-9b25-4972-8d6b-1e4cec3478c6/iso-18218-2-2019>



Numéros de référence  
ISO 18218-2:2019(F)  
IULTCS/IUC 28-2:2019(F)

© ISO 2019

iTeh Standards  
(<https://standards.iteh.ai>)  
Document Preview

[ISO 18218-2:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/d3bc6106-9b25-4972-8d6b-1e4cec3478c6/iso-18218-2-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/d3bc6106-9b25-4972-8d6b-1e4cec3478c6/iso-18218-2-2019>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2019

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8  
CH-1214 Vernier, Genève  
Tél.: +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

# Sommaire

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>Introduction</b> .....	<b>v</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>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Appareillage et matériaux</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Produits chimiques</b> .....	<b>2</b>
<b>7</b> <b>Échantillonnage et préparation des échantillons</b> .....	<b>3</b>
7.1    Préparation des échantillons de cuir.....	3
7.1.1    Échantillonnage et préparation des échantillons.....	3
7.1.2    Extraction des échantillons.....	3
7.2    Préparation des échantillons de produits auxiliaires de traitement du cuir.....	4
7.3    Dosage du blanc.....	4
7.4    Dosage de l'OP et du NP.....	4
7.5    Dosage de l'OPEO et du NPEO.....	4
7.6    Analyse chromatographique.....	5
7.7    Évaluation.....	5
<b>8</b> <b>Étalonnage</b> .....	<b>5</b>
8.1    Étalonnage pour le dosage de l'OP et du NP.....	5
8.2    Étalonnage pour le dosage de l'OPEO et du NPEO.....	6
<b>9</b> <b>Calculs</b> .....	<b>6</b>
9.1    Calcul des teneurs en OP et en NP.....	6
9.2    Calcul des teneurs en OPEO et en NPEO.....	6
<b>10</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>7</b>
<b>Annexe A (normative) Préparation du triiodure d'aluminium</b> .....	<b>8</b>
<b>Annexe B (informative) Exemple de chromatogrammes de CLHP</b> .....	<b>9</b>
<b>Annexe C (informative) Exemple de chromatogrammes de CG-SM</b> .....	<b>11</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>14</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 attirée 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 nature volontaire des normes, 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 [www.iso.org/avant-propos](http://www.iso.org/avant-propos).

Le présent document a été élaboré 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.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 18218-2:2015), qui a fait l'objet d'une révision technique:

- [6.14](#) et [6.15](#) ont été ajoutés;
- [7.4](#), [7.5](#) et [7.6](#) ont fait l'objet d'une révision technique;
- [8.1](#) a été modifié pour inclure une référence à [6.14](#).

Une liste de toutes les parties de la série ISO 18218 se trouve sur le site web de l'ISO.

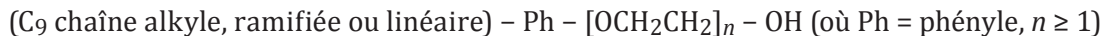
Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse [www.iso.org/fr/members.html](http://www.iso.org/fr/members.html).

## 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. La libération d'éthoxylate de nonylphénol dans l'environnement doit donc être évitée.

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.

L'ISO 18218-1 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.

Le présent document spécifie un mode opératoire 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 un équipement de chromatographie en phase gazeuse couplé à un spectromètre 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.



# Cuir — Détermination des alkylphénols éthoxylés —

## Partie 2: Méthode indirecte

### 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination des alkylphénols (le nonylphénol et l'octylphénol) et des éthoxylates d'alkylphénol (l'éthoxylate de nonylphénol et l'éthoxylate d'octylphénol) dans le cuir et les produits auxiliaires de traitement. Cette analyse est effectuée par chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP) ou par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG-SM).

L'éthoxylate d'alkylphénol est clivé et l'alkylphénol ainsi formé est dosé.

NOTE L'ISO 18218-1 et le présent document impliquent l'utilisation de solvants différents pour l'extraction des alkylphénols éthoxylés du cuir. Par conséquent, il est attendu que les deux méthodes analytiques donnent des résultats comparables, mais non nécessairement identiques, pour ce qui concerne la teneur en alkylphénols éthoxylés dans le cuir.

### 2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils 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 2418, *Cuir — Essais chimiques, physiques, mécaniques et de solidité — Emplacement de l'échantillonnage*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

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

### 3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

### 4 Principe

Les échantillons de cuir sont extraits avec de l'acétonitrile au moyen d'un bain à ultrasons. Le nonylphénol (NP) et/ou l'octylphénol (OP) présents dans l'extrait sont ensuite dosés par CLHP ou par CG-SM.

Les produits auxiliaires de traitement du cuir sont dissous dans de l'acétonitrile et le NP et/ou l'OP présents dans la solution sont dosés par CLHP ou par CG-SM.

L'éthoxylate de nonylphénol (NPEO) et l'éthoxylate d'octylphénol (OPEO) présents dans l'extrait ou la solution sont tout d'abord transformés en NP ou en OP, en utilisant du triiodure d'aluminium comme

agent de clivage, puis le NP et l'OP sont dosés par CLHP ou par CG-SM. La teneur en NPEO et la teneur en OPEO sont ensuite calculées par normalisation par rapport aux NPEO<sub>9</sub> et OPEO<sub>10</sub>, respectivement. Le [Tableau 1](#) fournit un exemple pour chacun des quatre analytes utilisés pour le dosage.

**Tableau 1 — Analytes pouvant être dosés par cette méthode**

Analyte	Formule brute	Abréviation	N° CAS
4-nonylphénol (mélange d'isomères)	C <sub>9</sub> H <sub>19</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -OH	NP	84852-15-3
4-tert-octylphénol	C <sub>8</sub> H <sub>17</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -OH	OP	140-66-9
Éthoxylate de nonylphénol	C <sub>9</sub> H <sub>19</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -(OC <sub>2</sub> H <sub>4</sub> ) <sub>n</sub> OH (n ≈ 9)	NPEO <sub>9</sub>	9016-45-9
Éthoxylate d'octylphénol	C <sub>8</sub> H <sub>17</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -(OC <sub>2</sub> H <sub>4</sub> ) <sub>n</sub> OH (n ≈ 10)	OPEO <sub>10</sub>	9002-93-1
<b>Légende</b>			
CAS: Chemical Abstract Service			

NOTE Il existe de nombreux numéros CAS pour les éthoxylates de nonylphénol et les éthoxylates d'octylphénol. Les numéros CAS donnés dans le [Tableau 1](#) correspondent aux structures normalisées utilisées pour l'étalonnage externe (voir [8.2](#)).

## 5 Appareillage et matériaux

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

- 5.1 **Balance analytique**, d'une exactitude de mesure de 0,1 mg.
- 5.2 **Bain à ultrasons**, (40 ± 2) kHz, muni d'un thermostat, permettant de maintenir une température de (50 ± 5) °C.
- 5.3 **Ampoules à décanter**, 150 ml.
- 5.4 **Évaporateur rotatif**, muni d'un thermostat et d'un dispositif sous vide.
- 5.5 **Membrane filtrante**, en polyamide, 0,45 µm.
- 5.6 **Chromatographe pour CLHP**, muni d'un détecteur à barrette de diodes (DAD) ou d'un détecteur de fluorescence (FLD).
- 5.7 **Chromatographe pour CG**, couplé à un spectromètre de masse.
- 5.8 **Papier filtre**, quantitatif, à filtration rapide.

## 6 Produits chimiques

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

- 6.1 **Acétonitrile** pour CLHP.

- 6.2 **n-Hexane**.

NOTE Il est également possible d'utiliser de l'isohexane.

- 6.3 **Triiodure d'aluminium**, disponible dans le commerce, ou préparé selon l'[Annexe A](#).

- 6.4 **Solution d'acide sulfurique**, 0,5 mol/l.



**6.5 Solution de thiosulfate de sodium**, saturée à la température ambiante.

**6.6 Sulfate de magnésium anhydre** ( $\text{MgSO}_4$ ), pour analyse.

**6.7 Sulfate de sodium anhydre** ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ), utilisable comme agent desséchant pour analyse. S'il n'est pas disponible sous forme de poudre anhydre, il peut être chauffé pendant 4 h à 800 °C, puis entreposé à sec.

NOTE Il est possible d'utiliser d'autres agents desséchants appropriés.

**6.8 Solution de chlorure de sodium**, saturée à la température ambiante.

**6.9 Solution de nonylphénol** (voir [Tableau 1](#)), pour étalonnage, à 1 000 mg/l dans du n-hexane.

**6.10 Solution d'octylphénol** (voir [Tableau 1](#)), pour étalonnage, à 1 000 mg/l dans du n-hexane.

**6.11 Solution d'éthoxylate d'octylphénol** (voir [Tableau 1](#)), pour étalonnage, à 2 000 mg/l dans de l'acétonitrile. Diluer cette solution dans de l'acétonitrile ([6.1](#)) si un étalonnage est effectué.

**6.12 Solution d'éthoxylate de nonylphénol** (voir [Tableau 1](#)), pour étalonnage, à 4 000 mg/l dans de l'acétonitrile. Diluer cette solution dans de l'acétonitrile ([6.1](#)) si un étalonnage est effectué.

**6.13 Solution de 4n-nonylphénol** (4n-NP, n° CAS 104-40-5), à 1 000 mg/l dans de l'acétonitrile. Le 4n-nonylphénol peut être utilisé comme étalon interne pour l'analyse par CG-SM. Diluer cette solution avec de l'acétonitrile ([6.1](#)) si la courbe d'étalonnage interne est utilisée.

**6.14 Solution de 4n-nonylphénol** (4n-NP, n° CAS 104-40-5), à 1 000 mg/l dans du n-hexane. Le 4n-nonylphénol peut être utilisé comme étalon interne pour l'analyse par CG-SM. Diluer cette solution avec du n-hexane ([6.2](#)) si la courbe d'étalonnage interne est utilisée.

**6.15 Eau désionisée ou distillée**, de qualité 3 selon l'ISO 3696:1987.

## 7 Échantillonnage et préparation des échantillons

### 7.1 Préparation des échantillons de cuir

#### 7.1.1 Échantillonnage et préparation des échantillons

Prélever les échantillons de cuir 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.

Préparer l'échantillon de cuir conformément à l'ISO 4044.

#### 7.1.2 Extraction des échantillons

Avec une exactitude de 10 mg, peser environ 2,5 g de l'échantillon de cuir ([7.1.1](#)) dans une fiole Erlenmeyer, puis le mélanger avec environ 3 g de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  ([6.7](#)). Ajouter une portion aliquote de  $(50,0 \pm 1)$  ml d'acétonitrile ([6.1](#)) dans la fiole, puis fermer cette dernière avec un bouchon.

Pour l'analyse par CG-SM, un étalon interne doit être utilisé. Ajouter une portion aliquote de 100  $\mu\text{l}$  de la solution de 4n-nonylphénol ([6.13](#)) dans la fiole pour obtenir une concentration finale de 2,0 mg/l.

Placer la fiole dans un bain-marie à ultrasons ([5.2](#)) et réaliser l'extraction à  $(50 \pm 5)$  °C pendant  $(60 \pm 5)$  min. Laisser refroidir la fiole à la température ambiante.

Filtrer l'extrait sur un papier filtre quantitatif à filtration rapide (5.8), afin d'éliminer les particules de cuir et de sel. Recueillir au moins 30 ml de filtrat pour l'analyse selon 7.4 et 7.5.

## 7.2 Préparation des échantillons de produits auxiliaires de traitement du cuir

Avec une exactitude de 10 mg, peser environ 0,5 g de l'échantillon de produit auxiliaire de traitement du cuir dans une fiole, soigneusement mélangé avec environ 2 g de  $MgSO_4$  (6.6). Ensuite, utiliser environ  $3 \times 7$  ml d'acétonitrile (6.1) pour dissoudre l'échantillon en remuant avec un agitateur en verre. Filtrer l'extrait sur un papier filtre quantitatif. Centrifuger l'extrait s'il contient des éléments insolubles. Verser l'extrait dans une fiole jaugée de 50 ml et compléter à 50,0 ml avec de l'acétonitrile.

Pour l'analyse par CG-SM, un étalon interne doit être utilisé. Ajouter une portion aliquote de 100  $\mu$ l de la solution de 4n-nonylphénol (6.13) dans la fiole pour obtenir une concentration finale de 2,0 mg/l.

## 7.3 Dosage du blanc

Préparer le blanc de la même manière que l'échantillon, mais en remplaçant l'échantillon par la quantité appropriée d'acétonitrile.

## 7.4 Dosage de l'OP et du NP

Pour l'analyse par CLHP, utiliser les échantillons extraits, (7.1.2) ou (7.2), directement après filtrage sur une membrane en polyamide (5.5).

Pour l'analyse par CG-SM, verser 10,0 ml de l'échantillon extrait, (7.1.2) ou (7.2), dans une ampoule à décanter (5.3). Ensuite, ajouter environ 20 ml d'eau (6.15) et 1 ml de la solution d'acide sulfurique (6.4). Extraire ce mélange avec  $2 \times 20$  ml (approximativement) de n-hexane (6.2), puis laisser décanter, et recueillir la phase organique. Laver ensuite les extraits de n-hexane avec environ 30 ml d'eau, éliminer la couche aqueuse et déshydrater la phase organique avec environ 5 g de  $Na_2SO_4$  (6.7). Ensuite, éliminer le solvant organique à l'aide de l'évaporateur rotatif (5.4) à environ 50 °C. Dissoudre de nouveau les résidus dans  $(10,0 \pm 0,1)$  ml de n-hexane (6.2), puis filtrer la solution ainsi obtenue sur une membrane en polyamide (5.5). La solution est ainsi prête pour l'analyse par CG-SM.

Si la phase organique ne peut pas se séparer librement dans l'ampoule à décanter après traitement au n-hexane, ajouter environ 30 ml de solution saturée de chlorure de sodium (6.8) dans l'ampoule à décanter, puis remuer le mélange pendant approximativement 30 s et laisser reposer jusqu'à ce que la phase organique se soit séparée.

Il convient que, pour les échantillons extraits, les signaux de réponse se situent dans les plages de concentration des courbes d'étalonnage. Dans le cas contraire, les solutions d'extraction doivent être diluées en conséquence, avec de l'acétonitrile pour l'analyse par CLHP ou avec du n-hexane pour l'analyse par CG-SM.

## 7.5 Dosage de l'OPEO et du NPEO

Préparer du triiodure d'aluminium (6.3) dans de l'acétonitrile conformément à l'Annexe A, en vue du clivage du NPEO et de l'OPEO.

Le triiodure d'aluminium est extrêmement sensible à l'air et à l'eau. En cas d'utilisation d'un triiodure d'aluminium (6.3) disponible dans le commerce, celui-ci peut être dissous dans du disulfure de carbone à une concentration de 0,1 g/ml environ. Prélever à la pipette 10 ml de cette solution et les verser dans une fiole, puis éliminer le solvant par chauffage avant d'ajouter les échantillons extraits.

Ajouter une portion aliquote de  $10,0 \text{ ml} \pm 0,1 \text{ ml}$  d'un échantillon extrait (7.1.2 ou 7.2) dans la fiole contenant environ 1 g de triiodure d'aluminium, et poursuivre le reflux à  $(90 \pm 2) \text{ }^\circ\text{C}$  pendant  $(30 \pm 5)$  min.

Retirer la fiole et ajouter lentement de l'eau (6.15) goutte à goutte jusqu'à ce que la réaction cesse. Diluer le contenu de la fiole avec environ 20 ml d'eau (6.15) et laisser refroidir à la température ambiante.