

NORME INTERNATIONALE ISO 23702-1  
IULTCS/IUC 39-1

Première édition  
2018-09

---

---

**Cuir — Fluor organique —**

Partie 1:

**Détermination de la teneur en  
composés non volatils par une  
méthode d'extraction utilisant  
la chromatographie en phase  
liquide couplée à un détecteur par  
spectrométrie de masse en tandem  
(LC-MS/MS)**

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/50502e8e-b5d3-4eb9-811f-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/50502e8e-b5d3-4eb9-811f-302970-1-2018)

3 *Leather* 33 *Organic fluorine* —

*Part 1: Determination of the non-volatile compound content by  
extraction method using liquid chromatography/tandem mass  
spectrometry detector (LC-MS/MS)*



Numéros de référence  
ISO 23702-1:2018(F)  
IULTCS/IUC 39-1:2018(F)

© ISO 2018

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

[ISO 23702-1:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/50502e8e-b5d3-4eb9-811f-3cb13a697193/iso-23702-1-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/50502e8e-b5d3-4eb9-811f-3cb13a697193/iso-23702-1-2018>



### DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

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

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
<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>2</b>
<b>5</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>3</b>
<b>7</b> <b>Mode opératoire d'essai</b> .....	<b>4</b>
7.1   Échantillonnage et préparation de l'échantillon.....	4
7.2   Mode opératoire d'extraction.....	4
7.2.1   Extraction.....	4
7.2.2   Interférences.....	5
7.3   Mode opératoire d'analyse.....	5
<b>8</b> <b>Calcul et expression des résultats</b> .....	<b>5</b>
8.1   Courbe d'étalonnage.....	5
8.2   Calcul du résultat.....	5
<b>9</b> <b>Fidélité</b> .....	<b>6</b>
<b>10</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>6</b>
<b>Annexe A (informative) Classes de composés fortement fluorés réglementés déterminables par le présent document</b> .....	<b>7</b>
<b>Annexe B (informative) Autres composés pertinents préoccupants</b> .....	<b>8</b>
<b>Annexe C (informative) Conditions chromatographiques de la LC-MS/MS</b> .....	<b>9</b>
<b>Annexe D (informative) Interférences</b> .....	<b>16</b>
<b>Annexe E (informative) Exactitude</b> .....	<b>17</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>19</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.

(standards.iteh.ai)

Pour une explication de la nature volontaire des normes, 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](http://www.iso.org/iso/fr/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.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 23702 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

Le groupe des composés perfluorés et polyfluorés (PFC) comprend plus de 800 substances. Les plus connus sont l'acide perfluorooctanesulfonique (PFOS) et l'acide perfluorooctanoïque (PFOA).

L'acide perfluorooctanesulfonique (PFOS) est classé comme persistant, bioaccumulable et toxique (PBT). L'utilisation et la commercialisation du PFOS et de ses sels sont restreintes et réglementées dans de nombreux pays (voir les Références [3] et [4]).

L'acide perfluorooctanoïque (PFOA) et ses sels sont soupçonnés d'avoir un profil de risque similaire à celui du PFOS.

De nombreux composés perfluorés et polyfluorés à chaîne longue ont été inclus dans la Liste des substances extrêmement préoccupantes candidates en vue d'une autorisation de l'UE (SVHC), qui est disponible à l'adresse <https://echa.europa.eu/fr/candidate-list-table>.

Les seuils réglementaires fixés pour les composés perfluorés et polyfluorés soumis à restriction limitent leur utilisation à un niveau inférieur à celui nécessaire pour une utilisation significative. Il est nécessaire que les seuils tiennent compte de la présence possible d'impuretés inévitables et de contaminants accidentels à l'état de traces.

Les anions entièrement fluorés à chaîne longue sont non volatils. Ils sont thermostables et résistants à la dégradation dans l'environnement. Les composés perfluorés et polyfluorés sont largement utilisés dans de nombreux secteurs, notamment dans les traitements oléofuges, antisalissants et hydrofuges pour les textiles, les produits en cuir, le papier, les meubles et les tapis.

ITEH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 23702-1:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/50502e8e-b5d3-4eb9-811f-3cb13a697193/iso-23702-1-2018>

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

ISO 23702-1:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/50502e8e-b5d3-4eb9-811f-3cb13a697193/iso-23702-1-2018>

# Cuir — Fluor organique —

## Partie 1:

# Détermination de la teneur en composés non volatils par une méthode d'extraction utilisant la chromatographie en phase liquide couplée à un détecteur par spectrométrie de masse en tandem (LC-MS/MS)

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode d'essai de détection et de quantification de substances perfluorées et polyfluorées neutres, ioniques, à chaîne longue, moyenne et courte, extractibles dans le cuir et le cuir verni.

Le présent document, tenant compte de la distribution tridimensionnelle des fibres dans le cuir, réalise l'évaluation des substances perfluorées et polyfluorées par rapport à la masse.

Les classes de composés réglementés répertoriés dans le [Tableau A.1](#) de l'[Annexe A](#) comprennent des acides, des télomères, des sulfonates et des alcools sulfonamides. Les classes d'autres composés non réglementés qui peuvent être déterminés par le présent document sont définies dans le [Tableau B.1](#) de l'[Annexe B](#).

## 2 Références normatives

ISO 23702-1:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/50502e8e-b5d3-4eb9-811f-3cb13a697193/iso-23702-1-2018>

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 2418, *Cuir — 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 4044:2017, *Cuir — Essais chimiques - Préparation des échantillons pour essais chimiques*

EN 15987, *Cuir — Terminologie — Définitions pour le commerce du cuir*

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'EN 15987, ainsi que les suivants s'appliquent.

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 <https://www.electropedia.org/>.

- 3.1 analyte**  
substance ou constituant chimique qui est soumis au mesurage  
[SOURCE: CEN/TS 15968:2010, 3.1]
- 3.2 constituant**  
matériau et substance chimiques purs dont un matériau est composé
- 3.3 extrait**  
préparation concentrée des analytes isolée du matériau traité
- 3.4 étalon interne**  
composé différent de l'analyte, présent dans l'échantillon avec une teneur connue ou ajouté à l'échantillon, détecté simultanément avec l'analyte, ayant des propriétés physiques et chimiques aussi similaires que possible à celles de l'analyte

## 4 Principe

Les classes de composés réglementés énumérées dans le [Tableau A.1](#) de l'[Annexe A](#) sont extraites avec du méthanol et l'extrait est analysé par un chromatographe en phase liquide à haute performance couplé à un détecteur par spectrométrie de masse **en tandem** (LC-MS/MS).

NOTE Les classes des composés non réglementés énumérées dans le [Tableau B.1](#) de l'[Annexe B](#) sont traitées selon le même principe que les composés réglementés.

## 5 Réactifs

ISO 23702-1:2018  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/50502e8e-b5d3-4eb9-811f-3cb13a697193/iso-23702-1-2018>

Les produits chimiques utilisés ci-dessous doivent être de la pureté définie.

- 5.1 Eau distillée ou désionisée**, au moins de qualité 3 comme spécifié dans l'ISO 3696.
- 5.2 Méthanol**, CAS 67-56-1, qualité CLHP.
- 5.3 Acétate d'ammonium**, CAS 631-61-8, qualité analytique.
- 5.4 Solutions mères des composés de référence**, pureté > 95 % pour la substance pure.

Les solutions des composés de référence répertoriés dans l'[Annexe A](#) et l'[Annexe B](#) sont disponibles dans le commerce. Il convient qu'elles soient diluées aux concentrations exigées. Si les composés de référence sont obtenus purs, peser séparément 100 mg de chaque étalon dans une fiole jaugée de 100 ml par exemple, puis compléter avec du méthanol ([5.2](#)) jusqu'au trait. Diluer cette solution avec du méthanol avec un rapport de 1:1 000 pour préparer une solution mère à 1 000 µg/l.

### 5.5 Solutions des composés cibles.

Préparer une solution de 500 µg/l de chaque composé cible en diluant les solutions mères des composés de référence à 1 000 µg/l ([5.3](#)) avec du méthanol.

Des solutions certifiées sont disponibles dans le commerce pour préparer la solution de composé cible. Le niveau de pureté et le solvant doivent être contrôlés conformément à la présente norme.

## 5.6 Étalon interne.

**Un étalon interne approprié doit être utilisé.** Il convient de déterminer le niveau d'impureté de l'étalon interne préalablement à l'utilisation de chaque nouveau lot.

Voici quelques exemples d'étalons internes à masse marquée appropriés:

- acide perfluorooctanoïque [1,2,3,4-<sup>13</sup>C<sub>4</sub>], [PFOA à masse marquée];
- <sup>13</sup>C<sub>x</sub>-PFOS (par exemple [F(CF<sub>2</sub>)<sub>8</sub>SO<sub>3</sub>- H<sup>+</sup>]-, 1,2,3,4-<sup>13</sup>C<sub>4</sub>);
- <sup>18</sup>O<sub>x</sub>-PFOS (par exemple [F(CF<sub>2</sub>)<sub>8</sub>SO<sub>3</sub>- H<sup>+</sup>]-, <sup>18</sup>O<sub>2</sub>).

Si d'autres types d'étalons internes marqués deviennent disponibles, ils peuvent être utilisés.

Préparer une solution à 1 000 µg/l de l'étalon interne en diluant la solution commerciale avec du méthanol.

## 5.7 Préparation des solutions d'étalonnage.

Les matériaux et les liquides doivent être stockés à 4 °C dans des récipients propres.

Préparer des solutions d'étalonnage appropriées avec du méthanol (5.2), des solutions des composés cibles (5.4) et la solution d'étalon interne (5.6). Au moins quatre solutions d'étalonnage doivent être préparées dans une plage de concentrations tenant compte des limites données. Par exemple, les préparer conformément aux volumes indiqués dans le [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Exemples de solutions d'étalonnage

Concentration (µg/l)	2,5	5	10	20	30
Volume de méthanol (µl)	975	970	960	940	920
Volume du composé cible (µl)	5	10	20	40	60
Volume de l'étalon interne (µl)	20	20	20	20	20

## 5.8 Éluant pour la LC-MS/MS.

Préparer une solution d'acétate d'ammonium à 10 mM en dissolvant 0,771 g d'acétate d'ammonium (5.3) dans 1 000 ml d'eau désionisée (5.1).

## 6 Appareillage

Il convient que le matériel ou toute partie accessible de celui-ci susceptible d'entrer en contact avec l'échantillon ou l'extrait soit exempt de substances interférentes; voir l'[Annexe D](#).

Utiliser du matériel exempt de tous types de polymères fluorés plastiques, notamment le polytétrafluoroéthylène (PTFE). Par exemple, utiliser du matériel en polypropylène (PP) ou en polyéthylène (PE).

Nettoyer tous les articles de laboratoire et les parties accessibles de l'appareillage d'extraction par rinçage avec du méthanol (5.2).

Les conteneurs d'échantillon doivent être rincés abondamment à l'eau (5.1) et au méthanol (5.2) avant emploi.

Les récipients d'échantillon doivent être vérifiés pour détecter une éventuelle contamination de base avant utilisation.

### 6.1 Dispositif approprié à lame effilée pour découper un échantillon de cuir.

**6.2 Fioles jaugées**, en PP ou en PE, dotées d'un bouchon inerte.

**6.3 Fioles d'extraction**, appropriées en PP ou en PE, d'un volume d'au moins 20 ml et pouvant être utilisées dans une centrifugeuse.

**6.4 Centrifugeuse de laboratoire**, compatible avec les fioles d'extraction (6.3).

**6.5 Bain à ultrasons**, équipé d'un contrôle réglable de la température du bain, jusqu'à au moins 60 °C.

**6.6 Balance analytique**, capable de peser à 0,001 g près.

**6.7 Chromatographe en phase liquide à haute performance**, (LC-MS/MS), à régulation de température et avec tous les accessoires exigés, notamment des gaz, des colonnes LC, un injecteur et un détecteur par spectrométrie de masse en tandem.

**6.8 Équipement de filtration à membrane et membrane de filtration en polyamide ou en polypropylène**, diamètre des pores de 0,22 µm.

## 7 Mode opératoire d'essai

### 7.1 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

Il convient que l'échantillon de cuir choisi soit représentatif du lot duquel il a été prélevé. Prélever l'échantillon conformément à l'ISO 2418. S'il est impossible de prélever l'échantillon conformément à l'ISO 2418 (par exemple, cuirs de produits finis, comme des chaussures ou des vêtements), des détails sur l'échantillonnage doivent être inclus dans le rapport d'essai. Lors de l'échantillonnage de produits en cuir qui ont des parties distinctes séparées, le produit doit être désassemblé et chaque partie doit être analysée séparément.

En cas de cuir verni, séparer, si possible, le vernissage du substrat en cuir. Le substrat en cuir doit être analysé conformément au mode opératoire du présent document. Si la séparation du vernissage du cuir ne peut pas être effectuée, l'article entier doit être analysé selon le présent mode opératoire.

NOTE Le vernis peut être analysé conformément à la norme CEN/TS 15986[2].

Prélever un échantillon de cuir d'une masse  $\geq 1$  g de cuir. Le résultat doit être consigné en unités de mg/kg.

Découper (6.1) l'échantillon de cuir en petits morceaux conformément à la méthode spécifiée dans l'ISO 4044:2017, 6.3.

Peser (6.6) à  $1,0 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$  près des morceaux de cuir dans une fiole d'extraction appropriée (6.3). Consigner la masse de l'échantillon de cuir pour essai,  $m$ , dans le rapport.

### 7.2 Mode opératoire d'extraction

#### 7.2.1 Extraction

Ajouter 10 ml de méthanol (5.2) et 100 µl de la solution d'étalon interne (5.6) dans la fiole d'extraction contenant les morceaux de cuir. Extraire l'éprouvette dans un bain à ultrasons (6.5) à une température de 60 °C pendant 1 heure.

Si nécessaire, centrifuger (6.4) la fiole d'extraction à environ 2 000 r/min pendant 5 min. Transférer et filtrer (6.8) un échantillon liquide dans une fiole en vue de l'analyse par chromatographie LC-MS/MS (6.7).

## 7.2.2 Interférences

Des interférences de matrice peuvent être provoquées par des contaminants qui ont été coextraits des **échantillons**. **L'ampleur des interférences de matrice varie considérablement** en fonction de la nature des échantillons, voir l'[Annexe D](#).

## 7.3 Mode opératoire d'analyse

Après extraction avec du méthanol, l'extrait est analysé par LC-MS/MS ([6.7](#)).

Différents types d'équipements de chromatographie en phase liquide à haute performance avec détecteur par spectrométrie de masse ([6.7](#)) peuvent être utilisés. L'[Annexe C](#) fournit des lignes directrices pour des conditions chromatographiques adaptées. [C.2](#) et [C.3](#) proposent deux techniques de chromatographie LC-MS/MS qui se sont révélées appropriées pour cette analyse.

## 8 Calcul et expression des résultats

### 8.1 Courbe d'étalonnage

Pour chaque PFC cible, préparer la fonction de régression linéaire en utilisant les rapports suivants ( $A_e/A_{is}$ ) et ( $C_e/C_{is}$ ), ainsi que la formule:

$$\frac{A_e}{A_{is}} = a \cdot \left( \frac{C_e}{C_{is}} \right) + b$$

où:

$A_e$  est la surface du pic du composé PFC correspondant;

$A_{is}$  est la surface du pic de l'étalon interne choisi;

$C_e$  est la concentration du PFC cible dans la solution d'étalonnage en microgrammes par litre;

$C_{is}$  est la concentration de l'étalon interne dans la solution d'étalonnage en microgrammes par litre;

$b$  est l'ordonnée à l'intersection de la courbe d'étalonnage du PFC spécifique;

$a$  est la pente de la courbe d'étalonnage du PFC spécifique.

### 8.2 Calcul du résultat

Le résultat doit être exprimé en mg/kg et arrondi au 0,1 mg/kg près.