

NORME
INTERNATIONALE

ISO
13365-1

IULTCS
IUC 29-1

Première édition
2020-07
Version corrigée
2021-03

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

Partie 1:

Extraction à l'acétonitrile

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

Part 1: Acetonitrile extraction method

ISO 13365-1:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7e227775-5182-4013-a48a-05f8529e8eff/iso-13365-1-2020>



Numéros de référence
ISO 13365-1:2020(F)
IULTCS/IUC 29-1:2020(F)

© ISO 2020

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 13365-1:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7e227775-5182-4013-a48a-05f8529e8eff/iso-13365-1-2020)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7e227775-5182-4013-a48a-05f8529e8eff/iso-13365-1-2020>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

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
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

| | |
|---|----------|
| Avant-propos..... | iv |
| 1 Domaine d'application | 1 |
| 2 Références normatives | 1 |
| 3 Termes et définitions | 1 |
| 4 Principe | 2 |
| 5 Réactifs | 2 |
| 5.1 Généralités..... | 2 |
| 5.2 Composés cibles..... | 2 |
| 5.3 Préparation des solutions d'étalonnage..... | 2 |
| 6 Appareillage et matériaux | 3 |
| 7 Mode opératoire d'essai | 3 |
| 7.1 Échantillonnage et préparation des échantillons..... | 3 |
| 7.2 Mode opératoire d'extraction..... | 3 |
| 7.3 Mode opératoire d'analyse..... | 3 |
| 7.4 Calcul..... | 4 |
| 8 Rapport d'essai | 4 |
| Annexe A (informative) Conditions chromatographiques | 5 |

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 13365-1:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7e227775-5182-4013-a48a-05f8529e8eff/iso-13365-1-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7e227775-5182-4013-a48a-05f8529e8eff/iso-13365-1-2020>

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 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).

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/ir/avant-propos.html.

Le présent document a été élaboré par le comité technique CEN/TC 289, *Cuir*, du Comité européen de normalisation (CEN), dont le secrétariat est tenu par UNI, en collaboration avec la Commission des 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).

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 première édition de l'ISO 13365-1, conjointement à l'ISO 13365-2, annule et remplace l'ISO 13365:2011, qui a fait l'objet d'une révision technique et a été divisée en deux parties. Les principales modifications de l'ISO 13365-1 par rapport à l'ISO 13365:2011 sont les suivantes:

- le titre a été modifié pour indiquer la méthode d'extraction;
- la méthode par chromatographie liquide à haute performance (CLHP) avec détection par spectrométrie de masse (SM) a été ajoutée;
- [l'Article 5](#) (ancien Article 4) a fait l'objet d'une modification technique. En outre, les informations relatives à l'étalonnage (qui figuraient auparavant en 6.4) sont désormais intégrées à [l'Article 5](#);
- les conditions chromatographiques (qui figuraient auparavant en 6.3) font désormais l'objet d'une [Annexe A](#), nouvelle. [L'Annexe A](#) comporte également des conditions supplémentaires à appliquer avec la détection SM.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 13365 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/members.html.

La présente version corrigée de l'ISO 13365-1:2020 inclut les corrections suivantes:

- en [6.4](#), "**Bain à ultrasons**, (40 ±5) kHz." a été corrigé en "**Bain à ultrasons**, par exemple 40 kHz.";
- en [7.2](#), premier alinéa, troisième phrase, la température d'extraction "à (60 ±5) °C" a été corrigée en "à température ambiante".

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 13365-1:2020](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7e227775-5182-4013-a48a-05f8529e8eff/iso-13365-1-2020>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13365-1:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7e227775-5182-4013-a48a-05f8529e8eff/iso-13365-1-2020>

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

Partie 1: Extraction à l'acétonitrile

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode d'essai pour la détermination de la teneur totale (extractible par solvant) des agents de conservation dans le cuir par chromatographie en phase liquide, après extraction au solvant (acétonitrile); elle concerne les agents de conservation suivants:

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

Cette méthode peut également être utilisée pour déterminer les produits de décomposition de ces agents de conservation, qui protègent le cuir des attaques microbiologiques.

[ISO 13365-1:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7e227775-5182-4013-a48a-05f8529e8eff/iso-13365-1-2020)

2 Références normatives

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7e227775-5182-4013-a48a-05f8529e8eff/iso-13365-1-2020>

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, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

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

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

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

L'échantillon de cuir est soumis à l'extraction par un solvant approprié en utilisant des ondes ultrasonores. L'extrait filtré est analysé par chromatographie liquide à haute performance (CLHP) avec détection ultraviolet (UV) ou détection par spectrométrie de masse (SM).

5 Réactifs

5.1 Généralités

Le degré de pureté des substances chimiques utilisées, indiquées dans le [Tableau 1](#) et le [Tableau 2](#), doit être conforme aux valeurs suivantes:

- supérieur à 95 % pour la substance pure utilisée pour les composés cibles de référence;
- qualité CLHP pour le solvant;
- eau déionisée (qualité 3 au minimum).

Tableau 1 — Réactifs pour l'extraction

| Substance chimique | Pureté |
|---------------------------|-----------------------|
| Acétonitrile, CAS 75-05-8 | Qualité CLHP |
| Eau déionisée | ≥ qualité 3, ISO 3696 |

Tableau 2 — Réactifs pour l'analyse par CL-SM ou par CL-UV

| Substance chimique | Pureté |
|---------------------------------------|-----------------------|
| Eau déionisée | ≥ qualité 3, ISO 3696 |
| Acétonitrile, CAS 75-05-8 | Qualité CLHP |
| Acide formique, CAS 64-18-6 | Qualité analytique |
| Méthanol, CAS 67-56-1 | Qualité CL-SM |
| Bicarbonate d'ammonium, CAS 1066-33-7 | Qualité analytique |
| TCMTB, CAS 21564-17-0 | Minimum 99,7 % |
| PCMC, CAS 59-50-7 | Minimum 99,5 % |
| OPP, CAS 90-43-7 | Minimum 99,5 % |
| OIT, CAS 26530-20-1 | Minimum 97,0 % |

5.2 Composés cibles

Préparer une solution de chaque composé cible (TCMTB, PCMC, OPP, OIT) à raison de 100 mg/l ou utiliser une solution du commerce.

5.3 Préparation des solutions d'étalonnage

Au moins quatre solutions d'étalonnage doivent être préparées, dans une gamme de concentrations (*C*), voir [Tableau 3](#), permettant de correspondre aux limites données. 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.

Préparer des solutions d'étalonnage appropriées en utilisant de l'acétonitrile ([Tableau 2](#)) et les solutions de composé cible ([5.2](#)) en se conformant aux volumes (*V*) indiqués dans le [Tableau 3](#).

Tableau 3 — Solutions d'étalonnage

Valeurs en µl

| Solution d'étalonnage | C | | | | |
|----------------------------|--------|---------|---------|---------|----------|
| | 2 mg/l | 10 mg/l | 25 mg/l | 50 mg/l | 100 mg/l |
| Volume d'acétonitrile, V | 980 | 900 | 750 | 500 | 0 |
| Volume de composé cible, V | 20 | 100 | 250 | 500 | 1 000 |

Les solutions d'étalonnage doivent être conservées à (4 ± 3) °C.

6 Appareillage et matériaux

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

- 6.1 **Balance analytique**, permettant de peser à 0,1 mg près.
- 6.2 **Système CLHP**, avec détecteur UV ou détecteur SM, ou autres détecteurs adaptés.
- 6.3 **Colonne de séparation**, phase inverse C8 ou C18 avec pré-colonne correspondante.
- 6.4 **Bain à ultrasons**, par exemple 40 kHz.
- 6.5 **Membrane filtrante**, polyamide, 0,45 µm, couplée à une seringue de 10 ml.

7 Mode opératoire d'essai

7.1 Échantillonnage et préparation des échantillons

Procéder à l'échantillonnage conformément à l'ISO 2418 et à la préparation 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 produits intermédiaires humides tels que le cuir wet-blue et wet-white doivent être séchés comme décrit dans l'ISO 4044 avant la préparation des échantillons.

7.2 Mode opératoire d'extraction

Peser environ 1 g de cuir préparé à 0,001 g près et l'introduire dans une fiole conique de 100 ml. À l'aide d'une pipette, prélever 20 ml d'acétonitrile ([Tableau 1](#)) et l'ajouter au cuir. L'échantillon de cuir est soumis à l'extraction dans un bain à ultrasons ([6.4](#)) pendant $1 \text{ h} \pm 5 \text{ min}$ à température ambiante. Pendant l'extraction, la température du mélange augmente jusqu'à 35 °C environ.

Si nécessaire, une aliquote de l'extrait peut être filtrée à travers une membrane filtrante ([6.5](#)) et introduite dans une fiole appropriée, ou centrifugée.

7.3 Mode opératoire d'analyse

L'extrait est analysé par chromatographie liquide à haute performance (CLHP) ([6.2](#)).

Différents types d'équipement CLHP, avec détecteur UV ou détecteur SM, peuvent être utilisés. Des lignes directrices relatives aux conditions chromatographiques appropriées sont données à l'[Annexe A](#).

Utiliser les solutions d'étalonnage ([5.3](#)) pour obtenir une courbe d'étalonnage linéaire des zones de pic par rapport à la concentration, exprimée en µg/l.

7.4 Calcul

Calculer la fraction massique, w_i , de chaque agent de conservation détecté, en milligrammes par kilogramme (mg/kg) de cuir, arrondie à 0,1 mg près, à l'aide de la [Formule \(1\)](#):

$$w_i = (\rho \cdot V \cdot F) / m \quad (1)$$

où

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

ρ est la concentration massique d'agent de conservation obtenue à partir de l'étalonnage, en microgrammes par millilitre ($\mu\text{g/ml}$);

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

F est le facteur de dilution;

m est la masse d'échantillon pesée, en grammes (g).

Si nécessaire, calculer la fraction massique d'agent de conservation rapportée à la matière sèche, conformément à l'ISO 4684, à l'aide de la [Formule \(2\)](#):

$$w_{\text{dm}} = w \cdot D \quad (2)$$

où

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

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

D est le facteur de calcul de la matière sèche, qui est calculé conformément à la formule suivante:

$$D = 100 / (100 - w_v)$$

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

Cette méthode permet la quantification d'une concentration minimale de 10 mg/kg.

8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comporter les informations suivantes:

- une référence au présent document, c'est-à-dire l'ISO 13365-1:2020;
- l'identification de l'échantillon et, si nécessaire, les détails de l'échantillonnage;
- le type de détection pour la chromatographie liquide;
- le résultat d'analyse de la fraction massique de chaque agent de conservation, en milligrammes par kilogramme (mg/kg), arrondi à une décimale près;
- tout écart par rapport au mode opératoire d'analyse;
- la date de l'essai.