

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
13365-2

IULTCS  
IUC 29-2

Première édition  
2020-07

---

---

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

Partie 2:

**Extraction à la sueur artificielle**

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

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

*Part 2: Artificial perspiration extraction method*

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a406a62-02d7-4e20-8f42-  
adb68a2b394d/iso-13365-2-2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a406a62-02d7-4e20-8f42-<br/>adb68a2b394d/iso-13365-2-2020)



Numéros de référence  
ISO 13365-2:2020(F)  
IULTCS/IUC 29-2:2020(F)

© ISO 2020

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

[ISO 13365-2:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a406a62-02d7-4e20-8f42-<br/>adb68a2b394d/iso-13365-2-2020)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a406a62-02d7-4e20-8f42-  
adb68a2b394d/iso-13365-2-2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a406a62-02d7-4e20-8f42-<br/>adb68a2b394d/iso-13365-2-2020)



### 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](mailto:copyright@iso.org)

Web: [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

# Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
<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>
5.1    Généralités.....	2
5.2    Composés cibles.....	2
5.3    Préparation des solutions d'étalonnage.....	3
<b>6</b> <b>Appareillage et matériaux</b> .....	<b>3</b>
<b>7</b> <b>Mode opératoire d'essai</b> .....	<b>3</b>
7.1    Échantillonnage et préparation des échantillons.....	3
7.2    Préparation de la solution de sueur artificielle acide.....	3
7.3    Préparation de la solution pour analyse.....	4
7.4    Mode opératoire d'analyse.....	4
<b>8</b> <b>Calcul</b> .....	<b>4</b>
<b>9</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>5</b>
Annexe A (informative) Conditions chromatographiques.....	6

iteh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 13365-2:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a406a62-02d7-4e20-8f42-adb68a2b394d/iso-13365-2-2020)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a406a62-02d7-4e20-8f42-  
adb68a2b394d/iso-13365-2-2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a406a62-02d7-4e20-8f42-adb68a2b394d/iso-13365-2-2020)

## 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](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/iso/fr/avant-propos.html](http://www.iso.org/iso/fr/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 13365-2, conjointement à l'ISO 13365-1, 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 13365-2 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](http://www.iso.org/members.html).

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

ISO 13365-2:2020

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a406a62-02d7-4e20-8f42-  
adb68a2b394d/iso-13365-2-2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a406a62-02d7-4e20-8f42-<br/>adb68a2b394d/iso-13365-2-2020)

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

ISO 13365-2:2020

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a406a62-02d7-4e20-8f42-  
adb68a2b394d/iso-13365-2-2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a406a62-02d7-4e20-8f42-adb68a2b394d/iso-13365-2-2020)

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

## Partie 2: Extraction à la sueur artificielle

### 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode d'essai pour la détermination de la teneur extractible par l'eau des agents de conservation dans le cuir par chromatographie en phase liquide, après extraction par une solution aqueuse de sueur artificielle; 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 13365-2:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a406a62-02d7-4e20-8f42-adb68a2b394d/iso-13365-2-2020)

### 2 Références normatives

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a406a62-02d7-4e20-8f42-adb68a2b394d/iso-13365-2-2020>

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 une solution aqueuse dans une fiole placée dans un agitateur thermostatique. L'extrait filtré est analysé par chromatographie liquide à haute performance (CLHP) avec détection ultraviolet (UV) ou détection par spectrométrie de masse (SM).

Cette méthode d'essai permet d'évaluer l'exposition potentielle à des agents de conservation pendant l'utilisation du cuir.

## 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
Hydroxyde de sodium (NaOH), 0,1 mol/l, CAS 1310-73-2	Qualité analytique
Chlorure de sodium (NaCl), CAS 7647-14-5	Qualité analytique
Monochlorhydrate monohydraté de L-histidine (C <sub>6</sub> H <sub>9</sub> O <sub>2</sub> N <sub>3</sub> , HCl, H <sub>2</sub> O), CAS 5934-29-2	Qualité analytique
Dihydrogénophosphate de sodium dihydrate (NaH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> · 2H <sub>2</sub> O), CAS 13472-35-0	Qualité analytique
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  $\mu\text{l}$

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  $(4 \pm 3)$  °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-marie**, permettant de maintenir une température de  $(37 \pm 2)$  °C, muni d'un agitateur de fioles horizontal, vitesse de rotation  $(60 \pm 5)$  tr/min, ou d'un agitateur orbital, vitesse de rotation  $(100 \pm 10)$  tr/min.

6.5 **Membrane filtrante**, polyamide, 0,45  $\mu\text{m}$ , 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 Préparation de la solution de sueur artificielle acide

La solution de sueur artificielle acide doit être fraîchement préparée chaque jour; un litre de solution contient:

— 0,5 g de monochlorhydrate monohydraté de L-histidine ([Tableau 1](#));