NORME INTERNATIONALE

ISO 18219-2
IULTCS IUC 30-2

Première édition
2021-05

Cuir — Dosage des hydrocarbures chlorés dans le cuir —

Partie 2: Méthode chromatographique pour les paraffines chlorées à chaîne moyenne (PCCM)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Leather — Determination of chlorinated hydrocarbons in leather — Part 2: Chromatographic method for middle-chain chlorinated paraffins (MCCPs)

ISO 18219-2:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f531777a-5c21-4bfe-a53f-8d1ac465c1e9/iso-18219-2-2021

Numéros de référence
ISO 18219-2:2021(F)
IULTCS/IUC 30-2:2021(F)

© ISO 2021

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 18219-2:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f531777a-5c21-4bfe-a53f-8d1ac465c1e9/iso-18219-2-2021

DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

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**
Introduction ..... **v**
1 Domaine d'application **1**
2 Références normatives **1**
3 Termes et définitions **1**
4 Principe **1**
5 Appareillage et matériaux **2**
6 Réactifs **2**
7 Échantillonnage **2**
8 Préparation et analyse des échantillons **3**
8.1 Préparation de la solution d'étalonnage de PCCM (50 µg/ml) avec un degré de chloration 55 % 3
8.2 Extraction du cuir 3
8.3 Purification à l'acide sulfurique 3
8.4 Dosage par CG-ECNI-SM 3
9 Expression des résultats **3**
9.1 Évaluation 3
9.2 Ions utilisés pour la quantification 4
9.3 Interférences lors du dosage des PCCM 4
9.4 Calcul 4
9.5 Fidélité 5
10 Rapport d'essai **5**
Annexe A (informative) **Paramètres de fonctionnement de l'analyse par chromatographie en phase gazeuse (CG-ECNI-SM)** **6**
Annexe B (informative) **Paramètres de fonctionnement de l'analyse par chromatographie en phase liquide (CL-SM/SM)** **8**
Annexe C (informative) **Intégration avec évaluation de la forme des pics pour la CG-ECNI-SM** **12**
Bibliographie **15**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 18219-2:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f531777a-5c21-4bfe-a53f-84bad66c1a01/iso-18219-2-2021

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. 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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.

ISO 18219-2:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f531777a-5c21-4bfe-a53f-8d1ac469c1e9/iso-18219-2-2021

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 CEN/TC 289, *Cuir*, du Comité européen de normalisation (CEN), 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 de 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 18219 peut être consultée 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.

© ISO 2021 – Tous droits réservés

Introduction

Les paraffines chlorées à chaîne moyenne (PCCM) sont un mélange d'hydrocarbures chlorés avec une longueur de chaîne de 14 à 17 atomes de carbone et une teneur en chlore de 40 % à 70 %. Compte tenu de leurs propriétés chimiques et physiques similaires à celles des paraffines chlorées à chaîne courte (PCCC), il est attendu que les PCCM soient persistantes et bioaccumulables dans l'environnement.

L'analyse des paraffines chlorées est un défi. Ces composés techniques sont des mélanges pouvant contenir jusqu'à 200 congénères avec des longueurs de chaîne et des degrés de chloration différents. Les chromatogrammes CG de ces mélanges complexes présentent généralement un grand nombre de pics qui se chevauchent, pouvant être difficiles à séparer. En particulier, les réponses aux divers degrés de chloration peuvent varier sur une plage étendue.

En outre, la présence de paraffines sulfochlorées et de chloroalcènes de longueur de chaîne équivalente dans ces composés techniques peut causer des interférences.

Le présent document décrit un mode opératoire pour comparer les résultats des chromatogrammes des composés PCCM obtenus à partir d'un échantillon pour essai avec les résultats des chromatogrammes d'une solution d'étalonnage définie constituée par le mélange le plus couramment utilisé (55 % de chloration pour les PCCM). Avec ce mode opératoire par chromatographie en phase gazeuse, ionisation chimique négative et spectrométrie de masse (CG-ECNI-SM), quatre traces d'ions sont utilisées pour identifier les PCCM.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 18219-2:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f531777a-5c21-4bfe-a53f-8d1ac465c1e9/iso-18219-2-2021

© ISO 2021 – Tous droits réservés

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 18219-2:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f531777a-5c21-4bfe-a53f-8d1ac465c1e9/iso-18219-2-2021

Cuir — Dosage des hydrocarbures chlorés dans le cuir —

Partie 2: Méthode chromatographique pour les paraffines chlorées à chaîne moyenne (PCCM)

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode par chromatographie permettant de déterminer la quantité de paraffines chlorées à chaîne moyenne (PCCM) C_{14} à C_{17} présente dans les cuirs traités et non traités.

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

3 Termes et définitions

ISO 18219-2:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f531777a-5c21-4bfe-a53f-8d1ac465c1e9/iso-18219-2-2021

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 https://www.electropedia.org/

4 Principe

L'échantillon pour essai est extrait en utilisant du n-hexane à 60 °C dans un bain à ultrasons pendant 60 min. Après purification à l'aide d'acide sulfurique, 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), comme décrit dans l'Annexe B, 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.

Dans certains cas, lors du dosage des PCCM avec la méthode par CG-ECNI-SM, la présence de paraffines sulfochlorées et de chloroalcènes de longueur de chaîne équivalente est à l'origine d'interférences. Le mode opératoire de l'Annexe B avec une méthode par CL-SM/SM vise à obtenir une meilleure résolution et élimine les faux positifs éventuels associés à la méthode par CG-ECNI-SM.

© ISO 2021 – Tous droits réservés

5 Appareillage et matériaux

Utiliser un appareillage courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

5.1 Balance analytique.

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

5.3 Bain à ultrasons, avec un chauffage réglable permettant de maintenir une température de (60 ± 5) °C.

NOTE Une fréquence de 40K Hz convient.

5.4 Pipette, de capacité comprise entre 1 ml et 10 ml.

5.5 Fiole jaugée, de 2 ml.

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

5.7 Agitateur, assurant un mélange efficace des phases.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6 Réactifs

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

ISO 18219-2:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/531777a-5c21-4bfe-a53f-8d1ac465c1e9/iso-18219-2-2021

6.1 n-hexane, numéro Chemical Abstracts Service (CAS) 110-54-3.

6.2 Solution d'étalon interne (IS) au lindane, n° CAS 58-89-9, 1 000 µg/ml.

6.3 Solutions étalons de PCCM, C_{14} à C_{17}, avec différentes teneurs en chlore de 100 µg/ml chacune.

6.3.1 PCCM C_{14} à C_{17} chlorée à 52 %, de qualité technique, n° CAS 85535-85-9.

6.3.2 PCCM C_{14} à C_{17} chlorée à 57 %, de qualité technique.

NOTE Ces solutions d'étalonnage de PCCM sont disponibles dans le commerce.

6.4 Acide sulfurique concentré, (ρ = 1,84 g/ml à 20 °C).

7 Échantillonnage

Prélever un échantillon conformément à l'ISO 2418. S'il n'est pas possible de procéder à l'échantillonnage conformément à l'ISO 2418 (par exemple, dans le cas de cuirs provenant de produits finis comme les chaussures ou les vêtements), donner des précisions concernant l'échantillonnage dans le rapport d'essai. Les résidus de colle adhérant aux échantillons de cuir doivent être éliminés de manière mécanique.

Préparer les échantillons de cuir conformément à l'ISO 4044.

© ISO 2021 – Tous droits réservés

8 Préparation et analyse des échantillons

8.1 Préparation de la solution d'étalonnage de PCCM (50 µg/ml) avec un degré de chloration 55 %

Transférer 400 µl de la solution étalon de PCCM C_{14} à C_{17} chlorée à 52 % (6.3.1) et 600 µl de la solution étalon de PCCM C_{14} à C_{17} chlorée à 57 % (6.3.2) dans une fiole jaugée de 2 ml (5.5). Ajouter 20 µl de la solution d'étalon interne (6.2). Compléter au volume avec du n-hexane (6.1).

La solution d'étalonnage ayant une teneur en chlore de 55 % doit être utilisée pour la quantification avec tous les échantillons, quel que soit leur degré de chloration (si celui-ci est connu).

8.2 Extraction du cuir

Peser un échantillon de cuir de (0,5 g ± 0,001) g sur la balance analytique (5.1) et l'introduire dans le récipient à couvercle hermétique (5.2). Ajouter 9,9 ml de n-hexane (6.1) et 100 µl d'étalon interne (6.2) et fermer hermétiquement le récipient. Extraire l'échantillon à (60 ± 5) °C dans un bain à ultrasons (5.3) pendant (60 ± 2) min. Refroidir l'extrait à température ambiante (moins de 27 °C).

8.3 Purification à l'acide sulfurique

Ajouter une aliquote de 5 ml de la solution d'hexane extraite dans un récipient à couvercle hermétique (5.2) et ajouter 1 ml d'acide sulfurique (6.4). Agiter le récipient (5.7) pendant 10 min. Après séparation des phases (éventuellement avec centrifugation), 1 ml de la phase d'hexane doit être prélevé pour l'analyse.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

8.4 Dosage par CG-ECNI-SM

Analyser la solution par CG-ECNI-SM (5.6). Un exemple de méthode de CG-ECNI-SM appropriée est donné dans l'Annexe A.

ISO 18219-2:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f531777a-5c21-4bfe-a53f-8d1ac465c1e9/iso-18219-2-2021

9 Expression des résultats

9.1 Évaluation

L'évaluation de la forme des pics a fait l'objet d'essais dont les résultats sont satisfaisants. L'intégration doit être effectuée avec évaluation de la forme des pics, conformément aux exemples présentés dans l'Annexe C.

Les aires 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 aires de pics des échantillons sont également additionnées et la concentration est calculée par rapport à la réponse obtenue avec l'étalon.

Une solution d'étalonnage, utilisée comme étalon de référence, est analysée 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 la solution d'étalonnage se situe dans une plage de ± 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.

© ISO 2021 – Tous droits réservés

9.2 Ions utilisés pour la quantification

Le Tableau A.1 récapitule les ions utilisés pour la quantification des PCCM et les ions utilisés dans la solution d'étalon interne au lindane.

Additionner les aires des pics correspondant aux différents ions quantifiants sur les chromatogrammes de l'étalon et les mettre en corrélation avec la concentration de l'étalon. Additionner aussi les aires des pics correspondant aux différents ions quantifiants sur le chromatogramme de l'échantillon et calculer la concentration par rapport aux réponses obtenues avec les solutions d'étalonnage.

Pour obtenir un résultat quantitatif, l'aire de chaque pic du chromatogramme de l'extrait doit se situer en dessous du point d'étalonnage le plus élevé. Dans le cas contraire, diluer l'extrait avec la solution d'étalon interne (8.2) dans cette plage ou préciser que le résultat est supérieur au résultat calculé.

9.3 Interférences lors du dosage des PCCM

Les masses des ions quantifiants (ratio masse sur charge m/z 431 et 445) doivent être quantifiées uniquement si leur aire dépasse de 10 % celle des masses des ions quantifiants 403 ou 417 et qu'il n'y a pas de perturbation de ces masses (évaluation de la forme des pics), voir C.3 et la Figure C.3.

L'ion quantifiant de $C_{17}Cl_7$ (m/z 445) donne une réponse très faible et se superpose aux ions quantifiants des PCCC. Par conséquent, il convient de rejeter ces aires si des interférences avec des PCCC sont constatées.

Des concentrations plus élevées de PCCC (>1 %) peuvent interférer avec les masses utilisées pour le dosage des PCCM. Dans ce cas, il convient d'assortir le résultat des PCCM de la mention «n.d.» avec ce commentaire: «ne peut être déterminé en raison d'interférences avec des PCCC en concentrations supérieures à 1 %».

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

9.4 Calcul

ISO 18219-2:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f531777a-5c21-4bfe-a53f-

Établir la fonction de régression linéaire en utilisant le ratio ($A_{\text{MCCP-S}}/A_{\text{int Std}}$) et ($C_{\text{MCCP-S}}/C_{\text{int.Std-S}}$) comme indiqué dans la Formule (1).

$$\frac{A_{\text{MCCP-S}}}{A_{\text{int. Std-S}}} = \frac{C_{\text{MCCP-S}}}{C_{\text{int.Std-S}}} \cdot a + b \tag{1}$$

où

$A_{\text{MCCP-S}}$ est la somme des aires de pic des PCCM dans la solution d'étalonnage;

$A_{\text{int. Std-S}}$ est l'aire du pic de l'étalon interne dans la solution d'étalonnage;

a est la pente de la fonction linéaire;

b est l'ordonnée à l'origine de la fonction linéaire;

$C_{\text{MCCP-S}}$ est la concentration de PCCM dans la solution d'étalonnage, en µg/ml;

$C_{\text{int.Std-S}}$ est la concentration de l'étalon interne dans la solution d'étalonnage, en µg/ml.

© ISO 2021 – Tous droits réservés

La teneur du cuir en PCCM est calculée selon la Formule (2) en fraction massique, w, en mg/kg.

$$w = \frac{\left(\frac{A_{\text{MCCP-Sample}}}{A_{\text{int.Std-Sample}}} - b \right)}{a} \cdot \frac{V}{m} \cdot C_{\text{int.Std-Sample}} \quad (2)$$

où

$A_{\text{MCCP-Sample}}$ est la somme des aires de pic des PCCM dans l'échantillon;

$A_{\text{int.Std-Sample}}$ est l'aire du pic de l'étalon interne dans l'échantillon;

a est la pente de la fonction linéaire;

b est l'ordonnée à l'origine de la fonction linéaire;

V est le volume final, en ml;

m est la masse de l'échantillon, en g;

$C_{\text{int .Std-Sample}}$ est la concentration de l'étalon interne dans l'échantillon, en µg/ml.

9.5 Fidélité

Avec cette méthode, il est possible d'atteindre des limites de quantification de 100 mg/kg.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

10 Rapport d'essai

ISO 18219-2:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f531777a-5c21-4bfe-a53f-8d1ac465e1a9/iso-18219-2-2021

Le rapport d'essai doit comporter au moins les informations suivantes:

a) une référence au présent document, c'est-à-dire ISO 18219-2:2021;

b) tous les détails nécessaires à l'identification complète de l'échantillon soumis à essai;

c) la date de l'essai;

d) une déclaration des techniques d'analyse utilisées pour la détection et la confirmation;

e) la quantité de PCCM extraite (C_{14} à C_{17}), en mg/kg;

f) tout écart par rapport au mode opératoire spécifié, conformément à un accord ou autre.

© ISO 2021 – Tous droits réservés