

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
18218-1

IULTCS  
IUC 28-1

Deuxième édition  
2023-06

---

---

**Cuir — Détermination des  
alkylphénols éthoxylés (APEO) —**

**Partie 1:  
Méthode directe**

*Leather — Determination of ethoxylated alkylphenols (APEO) —*

*Part 1: Direct method*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 18218-1:2023

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17659022-dfb3-4f84-8cfc-bff755e210e9/iso-18218-1-2023>



Numéros de référence  
ISO 18218-1:2023(F)  
IULTCS/IUC 28-1:2023(F)

© ISO 2023

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 18218-1:2023

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17659022-dfb3-4f84-8cfc-bff755e210e9/iso-18218-1-2023>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2023

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

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>Introduction</b> .....	<b>vi</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>2</b>
<b>5</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>2</b>
<b>7</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>3</b>
<b>8</b> <b>Préparation et analyse des échantillons</b> .....	<b>4</b>
8.1    Extraction .....	4
8.2    Analyse .....	4
8.3    Étalonnage .....	4
8.4    Calcul .....	4
8.4.1   Détermination du ratio de chaque congénère APEO .....	4
8.4.2   Détermination de la concentration réelle de chaque congénère APEO dans les solutions d'étalonnage .....	5
8.4.3   Courbe d'étalonnage .....	5
8.4.4   Calcul de la concentration en APEO .....	5
<b>9</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>6</b>
<b>Annexe A (informative) Exemple de méthode chromatographique CL-SM/SM</b> .....	<b>7</b>
<b>Annexe B (informative) Masses caractéristiques pour la quantification</b> .....	<b>8</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>10</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. 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 le lien suivant: [www.iso.org/iso/avant-propos.html](http://www.iso.org/iso/avant-propos.html).

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.

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), conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 18218-1:2015) qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- un nouvel [Article 3](#) a été ajouté, la numérotation des articles suivants a été modifiée en conséquence;
- les [Articles 6](#) et [8](#) ont fait l'objet d'une révision technique;
- la NOTE en 7.1 de l'édition précédente a été supprimée;
- un nouveau mode opératoire de calcul a été ajouté en [8.4](#);
- l'[Annexe A](#) a fait l'objet d'une révision technique;
- une nouvelle [Annexe B](#) a été ajoutée.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 18218 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](http://www.iso.org/members.html).

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

ISO 18218-1:2023

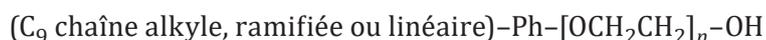
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17659022-dfb3-4f84-8cfc-bff755e210e9/iso-18218-1-2023>

## 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. C'est pourquoi il convient d'éviter de rejeter de l'éthoxylate de nonylphénol dans l'environnement.

En 2003, la Directive européenne 2003/53/CE<sup>[4]</sup> 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 UE 1907/2006 (REACH)<sup>[3]</sup>.

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:



avec Ph = phényl,  $n \geq 1$ .

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].»<sup>[5]</sup>

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.

Le présent document est 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 (CL) couplée à la spectrométrie de masse en tandem avec un analyseur à triple quadripôle (SM/SM), afin d'identifier les éthoxylates de nonylphénol et d'octylphénol.

L'ISO 18218-2 spécifie une méthode 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 (CL) ou de chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie 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 (APEO) —

## Partie 1: Méthode directe

### 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination des alkylphénols éthoxylés (APEO) [éthoxylate de nonylphénol (NPEO<sub>n</sub>, où  $2 \leq n \leq 16$ ) et éthoxylate d'octylphénol (OPEO<sub>n</sub>, où  $2 \leq n \leq 16$ )] dans le cuir. Cette méthode d'analyse directe convient particulièrement lorsque les alkylphénols éthoxylés doivent être dosés sur un grand nombre d'échantillons de cuir.

L'analyse est effectuée par chromatographie en phase liquide (CL) couplée à la spectrométrie de masse en tandem avec un analyseur à triple quadripôle (SM/SM), afin d'identifier et de quantifier les alkylphénols éthoxylés.

NOTE 1 Parmi les alkylphénols éthoxylés, celui qui est le plus utilisé dans l'industrie du cuir est le NPEO, qui contient en moyenne 9 groupes éthoxy. La température de trouble dans l'eau de cette substance est optimale compte tenu des températures généralement utilisées pour le traitement du cuir, qui sont comprises entre 40 °C et 55 °C.

NOTE 2 Le présent document et l'ISO 18218-2 utilisent différents solvants pour l'extraction des alkylphénols éthoxylés du cuir. Par conséquent, on peut s'attendre à ce que les résultats obtenus en suivant l'une des deux méthodes analytiques soient comparables à ceux obtenus en suivant la seconde méthode, 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 de la publication à laquelle il est fait référence s'applique (y compris tous les amendements).

ISO 2418, *Cuir — Essais chimiques, physiques, mécaniques et essais de solidité — Emplacement et préparation des spécimens pour les essais*

ISO 3696, *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

Le présent document ne contient pas de liste de termes et définitions.

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: a disponible à l'adresse [www.iso.org/obp](http://www.iso.org/obp)
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse [www.electropedia.org/](http://www.electropedia.org/)

## 4 Principe

L'échantillon de cuir est extrait avec du méthanol en utilisant un bain à ultrasons. Ensuite, une partie aliquote de la solution peut être directement analysée, après filtrage, sans purification supplémentaire, par CL couplée à un détecteur SM-SM.

## 5 Appareillage

L'appareillage courant d'un laboratoire, notamment les éléments suivants doivent être utilisés:

**5.1 Bain à ultrasons**, à température réglable, permettant de maintenir une température de  $(60 \pm 5)$  °C.

**5.2 Flacon en verre muni d'un bouchon à vis**, une contenance de 22 ml est par exemple appropriée.

**5.3 Seringue en polypropylène ou en polyéthylène**, 2 ml.

**5.4 Membrane filtrante**, ayant par exemple une porosité de 0,2  $\mu\text{m}$ , à utiliser avec une seringue (5.3).

**5.5 Fioles jaugées**, de 10 ml, 100 ml et 1 000 ml.

**5.6 Balance**, précise à 1 mg.

**5.7 Pipettes**, de plusieurs dimensions, de 1 ml à 5 ml.

**5.8 Flacon à échantillon pour CL muni d'un bouchon**.

**5.9 Instruments analytiques**, chromatographe pour CLHP couplé à un spectromètre de masse à triple quadripôle (SM-SM) à ionisation par électrobulbation (ESI).

## 6 Réactifs

Sauf spécification contraire, tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue.

**6.1 Méthanol**, de qualité CL-SM.

**6.2 Éthoxylate de nonylphénol**,  $\text{NPEO}_n$  où  $n = 9$  à 10, n° de registre CAS<sup>®1)</sup> 68412-54-4, n° de produit Sigma-Aldrich<sup>®</sup> 542334 (IGEPAL<sup>®</sup> CO-630)<sup>2)</sup>, de qualité technique.

**6.3 Éthoxylate d'octylphénol**,  $\text{OPEO}_n$  où  $n = 9$  à 10, n° de registre CAS 9036-19-5, n° de produit Sigma-Aldrich<sup>®</sup> 93443 (Triton<sup>™</sup> X-100)<sup>3)</sup>, de qualité technique.

1) Le numéro de registre<sup>®</sup> du Chemical Abstract Service (CAS) est une marque déposée de l'American Chemical Society (ACS). Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve l'emploi du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils aboutissent aux mêmes résultats.

2) Le produit n° 542334 (IGEPAL<sup>®</sup> CO-630) de Sigma-Aldrich<sup>®</sup> est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve l'emploi du produit ainsi désigné.

3) Le produit n° 93443 (Triton<sup>™</sup> X-100) de Sigma-Aldrich<sup>®</sup> est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve l'emploi du produit ainsi désigné.

NOTE En 6.2 et 6.3 les appellations commerciales sont données en vue d'améliorer la comparabilité des résultats d'essai obtenus par différents laboratoires. Les éthoxylates de nonylphénol ou d'octylphénol disponibles dans le commerce contiennent des groupes d'éthoxylate de nonylphénol ou d'octylphénol à chaîne linéaire ou ramifiée; ainsi, utiliser un produit différent peut conduire à des résultats différents. Seules des substances chimiques de qualité technique sont actuellement disponibles auprès des fournisseurs de produits chimiques pour un usage en laboratoire.

#### 6.4 Solution mère d'éthoxylate de nonylphénol, $\beta = 250 \mu\text{g/ml}$ .

Peser 25 mg d'éthoxylate de nonylphénol (6.2) dans une fiole jaugée (5.5) de 100 ml, dissoudre la solution dans du méthanol (6.1) et puis compléter jusqu'au trait de jauge avec du méthanol.

#### 6.5 Solutions mères d'éthoxylate d'octylphénol, $\beta = 250 \mu\text{g/ml}$

Peser 25 mg d'éthoxylate de octylphénol (6.3) dans une fiole jaugée (5.5) de 100 ml, dissoudre la solution dans du méthanol (6.1) et puis compléter jusqu'au trait de jauge avec du méthanol.

#### 6.6 Solution étalon d'éthoxylate de nonylphénol, $\beta = 25 \mu\text{g/ml}$

Transvaser 1,0 ml de la solution mère (6.4) dans une fiole jaugée (5.5) de 10 ml puis compléter jusqu'au trait de jauge avec du méthanol (6.1).

#### 6.7 Solution étalon d'éthoxylate d'octylphénol, $\beta = 25 \mu\text{g/ml}$

Transvaser 1,0 ml de la solution mère (6.5) dans une fiole jaugée (5.5) de 10 ml puis compléter jusqu'au trait de jauge avec du méthanol (6.1).

#### 6.8 Solutions d'étalonnage d'éthoxylate de nonylphénol et d'éthoxylate d'octylphénol

Préparer au moins quatre solutions d'étalonnage en utilisant respectivement les solutions mères (6.6 et 6.7). Le Tableau 1 donne un exemple de solutions d'étalonnage préparées dans une fiole jaugée de 10 ml.

Les plages de concentration pour les solutions d'étalonnage peuvent être modifiées selon les besoins de chaque laboratoire et de l'équipement utilisé.

Tableau 1 — Exemple de solutions d'étalonnage

Concentration ( $\mu\text{g/ml}$ )	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5
Volumes de méthanol (ml)	9,8	9,6	9,4	9,2	9,0
Volumes de solutions étalons (6.6 ou 6.7) à $25 \mu\text{g/ml}$ (ml)	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0

#### 6.9 Acétate d'ammonium

##### 6.10 Acétate d'ammonium 5 mM

Dans une fiole jaugée (5.5) de 1 000 ml, dissoudre 0,386 g d'acétate d'ammonium (6.9) dans de l'eau (6.11). Compléter jusqu'au trait de jauge avec de l'eau (6,11).

##### 6.11 Eau, de qualité 3 conformément à l'ISO 3696.

## 7 Échantillonnage

Découper une éprouvette conformément à l'ISO 2418. S'il n'est pas possible de découper une éprouvette conformément à l'ISO 2418 (par exemple cuirs de produits finis comme les chaussures, les vêtements,

etc.), des informations relatives au choix de l'éprouvette doivent être fournies dans le rapport d'essai. Les résidus de colle adhérant aux morceaux de cuir doivent être éliminés de manière mécanique.

Les éprouvettes de cuir doivent être découpées en petits morceaux ou broyées conformément à l'ISO 4044.

## 8 Préparation et analyse des échantillons

### 8.1 Extraction

Dans un flacon en verre (5.2), peser environ 1 g de morceaux de cuir, avec une exactitude de 10 mg. Ajouter 20 ml de méthanol (6.1), fermer le flacon puis extraire l'échantillon pendant  $(60 \pm 5)$  min dans un bain à ultrasons (5.1) à  $(60 \pm 5)$  °C.

### 8.2 Analyse

Après avoir laissé la solution d'extraction refroidir à la température ambiante, prélever une partie aliquote de cette solution au moyen d'une seringue jetable (5.3) et la verser dans un flacon à échantillon pour CL (5.8) en utilisant une membrane filtrante (5.4). La partie aliquote est désormais prête pour l'analyse par CL.

La détection de l'éthoxylate d'alkylphénol est effectuée au moyen d'un chromatographe pour CL à élution par gradient couplé à un spectromètre de masse à triple quadripôle (5.9). Des congénères avec 2 à 16 groupes éthoxylés doivent être utilisés pour la quantification. L'Annexe A fournit des lignes directrices pour la sélection de conditions chromatographiques adaptées.

### 8.3 Étalonnage

Les solutions d'étalonnage (6.8) doivent être versées dans un flacon pour CL (5.8) et analysées en même temps que tous les échantillons pour essai.

### 8.4 Calcul

#### 8.4.1 Détermination du ratio de chaque congénère APEO

Calculer le ratio de chaque congénère APEO,  $R$  (%), conformément à la Formule (1), en utilisant les données en mode suivi d'ions sélectionnés (SIM, selected ion monitoring).

$$R = \frac{A_{(n)}}{A_{\text{somme}}} \times 100 \quad (1)$$

où

$A_{(n)}$  est la zone en mode SIM de chaque congénère APEO;

$A_{\text{somme}}$  est la somme des zones en mode SIM de tous les congénères APEO.

Le calcul selon 8.4.1 doit être réalisé en mode SIM pour chaque nouveau lot des substances de référence (6.2 et 6.3). Voir l'Annexe B, Tableaux B.1 à B.3, pour les masses caractéristiques des congénères APEO.

NOTE Il n'est pas possible de recevoir une répartition exacte des congénères APEO à partir de données de suivi de réactions multiples (MRM) car les rendements de fragmentation des APEO dépendent fortement du nombre de groupes éthoxylés.