

PROJET DE NORME INTERNATIONALE

ISO/DIS 11936

IULTCS

IUC 42

IULTCS

Secrétariat: ISO

Début de vote:
2022-05-12

Vote clos le:
2022-08-04

Cuir — Détermination de la teneur totale en certains bisphénols

Leather – Determination of total content of certain bisphenols

ICS: 59.140.30

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 11936](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a1f4021-bc2e-40a5-9d71-27cb2c157c25/iso-fdis-11936)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a1f4021-bc2e-40a5-9d71-27cb2c157c25/iso-fdis-11936>

Le présent document est distribué tel qu'il est parvenu du secrétariat du comité.

CE DOCUMENT EST UN PROJET DIFFUSÉ POUR OBSERVATIONS ET APPROBATION. IL EST DONC SUSCEPTIBLE DE MODIFICATION ET NE PEUT ÊTRE CITÉ COMME NORME INTERNATIONALE AVANT SA PUBLICATION EN TANT QUE TELLE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN



Numéros de référence
ISO/DIS 11936:2022(F)
IULTCS/IUC 42:2022(F)

© ISO 2022

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 11936

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a1f4021-bc2e-40a5-9d71-27cb2c157c25/iso-fdis-11936>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2022

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	4
Introduction	5
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Appareillage et équipements	2
6 Produits chimiques	2
7 Échantillon de cuir	3
8 Mode opératoire	3
8.1 Extraction	3
8.2 Analyse	4
9 Expression des résultats	4
9.1 Calculs	4
9.2 Fidélité	4
10 Rapport d'essai	4
Annexe A (informative) Paramètres de fonctionnement de l'analyse par chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse (CL-MS)	5
A.1 Commentaire préliminaire	5
A.2 Paramètres de fonctionnement de CL-MS/MS	5
A.2.1 Configuration chromatographique de CL-MS/MS	5
A.2.2 Ions types pour la CL-MS/MS	6
Annexe B (informative) Paramètres de fonctionnement de l'analyse par chromatographie en phase liquide couplée à la détection ultraviolet (CL-UV), à la détection à barrettes de diodes (CL-DAD) ou à la détection de fluorescence (CL-FLD)	7
B.1 Paramètres de fonctionnement de CL-UV, CL-DAD et CL-FLD	7

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 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 : Avant-propos - Informations supplémentaires.

L'ISO 11936 a été élaborée par la Commission d'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 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.

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.

Introduction

La méthode d'analyse décrite dans le présent document, l'ISO 11936, est un mode opératoire permettant l'analyse de certains bisphénols à l'aide d'un équipement de chromatographie en phase liquide (CL). Le bisphénol A, le bisphénol B, le bisphénol F et le bisphénol S peuvent être déterminés au moyen de cette méthode d'analyse.

Dans le secteur du cuir, le bisphénol F peut constituer une impureté dans les agents de tannage synthétiques. Le bisphénol S est un monomère utilisé pour fabriquer des agents de tannage synthétiques, pouvant conduire à la présence de résidus dans le produit final.

Le bisphénol A est un perturbateur endocrinien pour les organismes avec lesquels il entre en contact. Le bisphénol A est un produit chimique organique de synthèse principalement utilisé comme monomère dans la fabrication de plastiques de haute performance ou d'autres polymères tels que les résines, ainsi que dans les révélateurs de couleur pour papier thermique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 11936

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a1f4021-bc2e-40a5-9d71-27cb2c157c25/iso-fdis-11936>

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 11936

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a1f4021-bc2e-40a5-9d71-27cb2c157c25/iso-fdis-11936>

Cuir — Détermination de la teneur totale en certains bisphénols

1 Domaine d'application

Le présent document décrit une méthode de détermination de la teneur totale (extractible par solvant) des bisphénols suivants dans le cuir :

- le bisphénol A ;
- le bisphénol B ;
- le bisphénol F ;
- le bisphénol S.

Cette méthode nécessite de recourir à la chromatographie en phase liquide (CL), couplée à un spectromètre de masse à triple quadripôle (MS/MS), à un détecteur ultraviolet (UV), à un détecteur à barrettes de diodes (DAD) ou à un détecteur de fluorescence (FLD), afin d'identifier et de quantifier les bisphénols.

NOTE 1 Sous réserve de validation par le laboratoire, cette méthode peut également être utilisée pour d'autres bisphénols.

NOTE 2 La principale différence entre les méthodes CL-MS/MS et CL-UV, CL-DAD ou CL-FLD réside dans leur limite de quantification (9.2).

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 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 : 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 une extraction au méthanol au moyen d'un bain à ultrasons. Ensuite, une aliquote de la solution obtenue peut être directement analysée, sans autre nettoyage de l'échantillon, par CL-MS/MS ou par CL couplée à un détecteur ultraviolet (CL-UV), à un détecteur à barrettes de diodes (CL-DAD) ou à un détecteur de fluorescence (CL-FLD).

5 Appareillage et équipements

Appareillage courant de laboratoire et, en particulier, les éléments ci-après.

5.1 Bain à ultrasons, avec système de contrôle du chauffage permettant de maintenir une température de (60 ± 5) °C.

5.2 Récipient en verre muni d'un capuchon à vis : un volume de 22 ml, par exemple, s'est avéré approprié.

5.3 Seringue en polypropylène ou en polyéthylène, 2 ml.

5.4 Filtres à membrane pour seringues, de 0,2 µm de taille de pore, à utiliser avec la seringue (5.3).

5.5 Fioles jaugées, de 10 ml et de 100 ml.

5.6 Balance analytique, pesant à 1 mg près.

5.7 Pipettes, de volumes variés, de 1 ml à 5 ml.

5.8 Équipements d'instrumentation, CL-MS/MS.

5.9 Autres équipements d'instrumentation possibles, CL-UV, CL-DAD ou CL-FLD.

NOTE Si deux détecteurs sont utilisés, ils peuvent être montés en série sur le même système de chromatographie en phase liquide.

6 Produits chimiques

Sauf indication contraire, des réactifs chimiques de qualité analytique doivent être utilisés.

6.1 Méthanol, n° CAS 67-56-1 ; pour la CL-MS/MS, il est nécessaire de disposer d'une qualité pour CL-MS.

6.2 Eau : eau déionisée ou distillée, de qualité 3 conformément à l'ISO 3696.

6.3 Bisphénol A, n° CAS 80-05-7.

6.4 Bisphénol B, n° CAS 77-40-7.

6.5 Bisphénol F, n° CAS 620-92-8.

6.6 Bisphénol S, n° CAS 80-09-1.

6.7 Solutions mères de bisphénols A, B, F, S mélangés ; $\rho = 1 \text{ mg/l}$ et 10 mg/l

Dissoudre 10 mg ou 1 mg des bisphénols A (6.3), B (6.4), F (6.5) et S (6.6) dans différentes fioles jaugées de 100 ml (5.5) avec du méthanol (6.1) et compléter au trait pour obtenir des concentrations respectives de 1 mg/l et de 10 mg/l.

6.8 Étalon interne, $\rho = 50 \text{ mg/l}$

Lorsque la CL-MS est utilisée, le recours à un étalon interne est vivement recommandé afin d'éviter les effets de matrice.

Exemple d'étalon interne approprié marqué en masse :

— Bisphénol A-D8, n° CAS 92739-58-7.

Préparer une solution d'étalon interne à 50 mg/l en diluant la solution commerciale avec du méthanol.

6.9 Solutions d'étalonnage des bisphénols

Préparer quatre solutions d'étalonnage des bisphénols, de concentrations comprises entre $\rho = 20 \text{ }\mu\text{g/l}$ et $\rho = 1\,000 \text{ }\mu\text{g/l}$, en utilisant les solutions mères (6.7), voir Tableau 1.

Tableau 1 — Exemple de solutions d'étalonnage pour la CL-MS/MS

Concentration ($\mu\text{g/l}$)	20	50	100	200	500	1 000
Volume de méthanol (μl) (6.1)	980	950	900	980	950	900
Volume du mélange de bisphénols, 1 mg/l (μl) (6.7)	20	50	100			
Volume du mélange de bisphénols, 10 mg/l (μl) (6.7)				20	50	100
Volume d'étalon interne à 50 mg/l (μl) (6.8)	20	20	20	20	20	20

7 Échantillon de cuir

L'échantillon de cuir doit être prélevé conformément à l'ISO 2418. S'il n'est pas possible d'obtenir un échantillon conformément à l'ISO 2418 (par exemple, dans le cas de cuirs issus de produits finis tels que des chaussures, des vêtements, etc.), les modalités de prélèvement de l'échantillon doivent être indiquées dans le rapport d'essai. Les résidus de colle doivent être éliminés mécaniquement des échantillons de cuir.

Les échantillons de cuir doivent être découpés en petits morceaux conformément à l'ISO 4044.

8 Mode opératoire

8.1 Extraction

Peser ($1,0 \pm 0,1$) g d'échantillon de cuir à l'aide de la balance analytique (5.6) dans un récipient en verre à capuchon à vis (5.2) et ajouter 20 ml de méthanol (6.1). Fermer le récipient et le placer dans un bain à ultrasons (5.1) à (60 ± 5) °C pendant (60 ± 5) min.

8.2 Analyse

Après refroidissement à température ambiante, une aliquote de la solution d'extraction est prélevée à l'aide d'une seringue jetable (5.3) et transférée dans un flacon pour échantillons de chromatographie en phase liquide. L'aliquote est à présent prête pour l'analyse par chromatographie en phase liquide.

La détection des bisphénols s'effectue par CL-MS/MS (5.8) ou, en variante, par CL-UV, CL-DAD ou CL-FLD (5.9). Des lignes directrices relatives aux configurations chromatographiques appropriées figurent à l'Annexe A et à l'Annexe B.

9 Expression des résultats

9.1 Calculs

Pour chaque bisphénol, la teneur est calculée sous forme de fraction massique, w , en milligrammes par kilogramme (mg/kg) d'échantillon de cuir, conformément à la Formule (1) ci-après :

$$w = \frac{(A_s - b) \cdot V}{a \cdot m_E} \quad (1)$$

où

A_s est la surface de pic de chaque bisphénol dans la solution d'extraction ;

b est l'ordonnée à l'origine de la courbe d'étalonnage ;

a est la pente de la courbe d'étalonnage ;

V est le volume final utilisé (20 ml) ;

m_E est la masse de l'échantillon de cuir, en grammes (g).

9.2 Fidélité

Cette méthode permet d'atteindre des limites de quantification (LOQ) de 20 mg/kg pour chaque bisphénol avec la CL-MS/MS et de 100 mg/kg avec la CL-UV, la CL-DAD ou la CL-FLD.

10 Rapport d'essai

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

- une référence à l'ISO 11936 ;
- le type, l'origine et la dénomination de l'échantillon de cuir ;
- la date de réception et la date d'examen ;
- le type d'équipement de chromatographie en phase liquide (CL) utilisé ;
- l'identification et la quantification de chaque bisphénol, exprimée en milligrammes par kilogramme (mg/kg) ;
- tout écart par rapport au mode opératoire.