

NORME
INTERNATIONALE

ISO
11936

IULTCS
IUC 42

Première édition
2023-07

Cuir — Détermination de la teneur totale en certains bisphénols

Leather — Determination of total content of certain bisphenols

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11936:2023

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a1f4021-bc2e-40a5-9d71-27cb2c157c25/iso-11936-2023>



Numéros de référence
ISO 11936:2023(F)
IULTCS/IUC 42:2023(F)

© ISO 2023

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 11936:2023

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a1f4021-bc2e-40a5-9d71-27cb2c157c25/iso-11936-2023>



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
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	2
6 Réactifs	2
7 Préparation de l'échantillon pour essai et des éprouvettes	3
8 Mode opératoire	4
8.1 Extraction	4
8.2 Analyse instrumentale	4
9 Expression des résultats	4
9.1 Calcul en l'absence d'étalon interne	4
9.2 Calcul en présence d'étalon interne	5
9.3 Calcul des résultats pour une somme	5
10 Fidélité	5
11 Rapport d'essai	5
Annexe A (informative) Paramètres de fonctionnement de l'analyse par chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse à triple quadripôle (CL-MS/MS)	7
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)	9
Annexe C (informative) Paramètres de fonctionnement de l'analyse par chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse à simple quadripôle (CL-MS)	10
Annexe D (informative) Fidélité : fiabilité de la méthode	11

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'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de brevet revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO [avait/n'avait pas] reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse www.iso.org/brevets. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié tout ou partie de tels droits de propriété.

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.

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.

Le présent document a été élaboré par la Commission des essais d'analyse 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).

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

Le présent document décrit 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. Le bisphénol B est similaire au bisphénol A et est employé dans la fabrication de plastiques et de résines.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11936:2023

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a1f4021-bc2e-40a5-9d71-27cb2c157c25/iso-11936-2023>

Cuir — Détermination de la teneur totale en certains bisphénols

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie 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 soit à un spectromètre de masse à simple quadripôle (MS), 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 Sous réserve de validation par le laboratoire, cette méthode peut également être utilisée pour d'autres bisphénols.

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 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

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 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, CL-MS/MS ou par CL couplée à un détecteur UV (CL-UV), à un DAD (CL-DAD) ou à un FLD (CL-FLD).

5 Appareillage

L'appareillage courant de laboratoire doit être utilisé 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, par exemple, d'un volume de 20 ml.

5.3 Filtres à membrane pour seringues appropriés, par exemple, en polyamide et de 0,2 µm de taille de pore.

5.4 Fioles jaugées, par exemple, de volumes de 10 ml et de 100 ml.

5.5 Flacons pour chromatographie en phase liquide, munis d'un capuchon, par exemple, d'un volume de 2 ml.

5.6 Balance analytique, disposant d'une résolution de 1 mg ou supérieure.

5.7 Pipettes, de dimensions variées, par exemple, de volumes de 1 ml à 5 ml.

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

5.9 Autres équipements d'instrumentation possibles, CL-MS, 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 Réactifs

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

6.1 Méthanol, numéro de registre CAS (CAS RN[®], de l'anglais « CAS Registry Number[®] »)¹⁾ 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, CAS RN[®] 80-05-7.

6.4 Bisphénol B, CAS RN[®] 77-40-7.

6.5 Bisphénol F, CAS RN[®] 620-92-8.

6.6 Bisphénol S, CAS RN[®] 80-09-1.

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

1) CAS Registry Number[®] (CAS RN[®]) est une marque de CAS Corporation. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils aboutissent aux mêmes résultats.

EXEMPLE Dissoudre 10 mg de chacun des bisphénols, A (6.3), B (6.4), F (6.5) et S (6.6), dans des fioles jaugées de 100 ml (5.5) distinctes, avec du méthanol (6.1). Des solutions mères mixtes sont préparées de sorte à obtenir des concentrations de 1 mg/l et de 10 mg/l dans le méthanol.

6.8 Étalon interne, $\rho = 50$ mg/l

Lorsque la CL-MS ou la CL-MS/MS sont utilisées, le recours à des étalons internes pour chaque type de bisphénol est vivement recommandé afin d'éviter les effets de matrice.

Exemples d'étalons internes appropriés marqués en masse :

- pour le bisphénol A : bisphénol A-D8, CAS RN® 92739-58-7 ;
bisphénol A-D16, CAS RN® 96210-87-6 ;
- pour le bisphénol B : bisphénol B-D8, CAS RN® à attribuer ;
- pour le bisphénol F : bisphénol F-D10, CAS RN® 1794786-93-8 ;
- pour le bisphénol S : bisphénol S-D8, CAS RN® 2483831-28-1.

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 au moins quatre solutions d'étalonnage des bisphénols, de concentrations comprises entre $\rho = 20$ µg/l et $\rho = 1\ 000$ µg/l, en utilisant les solutions mères (6.7), voir [Tableau 1](#). L'étalon interne n'est ajouté que si la détection est effectuée au moyen de la technique MS. Dans les autres cas, le volume d'étalon interne est remplacé par du méthanol.

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

Concentration µg/l	Volume de méthanol µl (6.1)	Volume du mélange de bisphénols à 1 mg/l µl (6.7)	Volume du mélange de bisphénols à 10 mg/l µl (6.7)	Volume d'étalon interne à 50 mg/l µl (6.8) (uniquement pour la détection par MS)
20	960	20		20
50	930	50		20
100	880	100		20
200	960		20	20
500	930		50	20
1 000	880		100	20

7 Préparation de l'échantillon pour essai et des éprouvettes

L'éprouvette de cuir doit être prélevée conformément à l'ISO 2418. S'il n'est pas possible d'obtenir une éprouvette conformément à l'ISO 2418 (par exemple, dans le cas de cuirs issus de produits finis tels que des chaussures ou des vêtements), les modalités de prélèvement de l'éprouvette doivent être indiquées dans le rapport d'essai.

L'éprouvette de cuir doit être découpée en petits morceaux conformément à l'ISO 4044.

8 Mode opératoire

8.1 Extraction

Peser (0,5 ± 0,05) g du spécimen pour essai, avec une exactitude de 10 mg, à l'aide de la balance analytique (5.6) dans un récipient en verre à capuchon à vis (5.2) et ajouter 10 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.

Après refroidissement à température ambiante, filtrer (5.3) une aliquote de la solution d'extraction dans un flacon pour échantillons de chromatographie en phase liquide (5.5). L'aliquote est à présent prête pour l'analyse par CL-UV, CL-DAD ou CL-FLD.

Pour la CL-MS ou la CL-MS/MS, après refroidissement à température ambiante, filtrer (5.3) 200 µl de la solution d'extraction dans un flacon pour échantillons de chromatographie en phase liquide (5.5) ; ajouter 780 µl de méthanol (6.1) et 20 µl d'étalon interne (6.8). L'aliquote est à présent prête pour l'analyse par CL-MS ou CL-MS/MS.

8.2 Analyse instrumentale

La détection des bisphénols s'effectue par CL-MS/MS (5.8) ou, en variante, par CL-MS, CL-UV, CL-DAD ou CL-FLD (5.9). Des exemples de conditions chromatographiques appropriées figurent à l'Annexe A (pour la CL-MS/MS), à l'Annexe B (pour la CL-UV, la CL-DAD et la CL-FLD) et à l'Annexe C (pour la CL-MS).

Si la concentration en bisphénols se situe hors de la plage d'étalonnage, préparer une dilution appropriée et injecter la nouvelle aliquote.

9 Expression des résultats (standards.iteh.ai)

9.1 Calcul en l'absence d'étalon interne

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) :

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

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 (0,01 l) ;

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

Si nécessaire, les résultats peuvent être donnés sur la base de la masse sèche de l'échantillon de cuir. Ces informations doivent être consignées dans le rapport d'essai.