



**Norme
internationale**

**ISO
21135
IULTCS
IUC 442**

**Produits chimiques pour
l'industrie du tannage du cuir —
Détermination de la teneur totale
en certains bisphénols**

*Chemicals for the leather tanning industry — Determination of
the total content of certain bisphenols*

**Première édition
2024-05**

iTeh Standards
<https://standards.iteh.ai/>
Document Preview

[ISO 21135:2024](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/2fdaf211-358e-418-93e3-b6dd02b08183/iso-21135-2024)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/2fdaf211-358e-418-93e3-b6dd02b08183/iso-21135-2024>

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 21135:2024](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/2fdaf211-358e-41f8-93c3-b6dd02b08183/iso-21135-2024)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/2fdaf211-358e-41f8-93c3-b6dd02b08183/iso-21135-2024>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2024

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	1
6 Réactifs	2
7 Échantillonnage et préparation de l'échantillon	4
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 sous forme de somme.....	5
10 Fidélité	5
11 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Paramètres de fonctionnement de l'analyse par chromatographie pour la CL-MS/MS	7
Annexe B (informative) Paramètres de fonctionnement de l'analyse par chromatographie pour la CL-MS	9
Annexe C (informative) Paramètres de fonctionnement de l'analyse par chromatographie pour la CL-UV, la CL-DAD ou la CL-FLD	10
Annexe D (informative) Fidélité: fiabilité de la méthode	11
Bibliographie.....	13

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 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 brevet.

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.

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 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 présents dans les produits chimiques utilisés pour le tannage du cuir, à l'aide d'un équipement de chromatographie en phase liquide (CL). Le bisphénol A, le bisphénol AF, le bisphénol B, le bisphénol F et le bisphénol S peuvent être déterminés au moyen de cette méthode d'analyse.

Dans l'industrie 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 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 AF est un composé organique fluoré qui est un analogue du bisphénol A dans lequel les deux groupes méthyle sont remplacés par des groupes trifluorométhyle. Le bisphénol B est similaire au bisphénol A et est employé dans la fabrication de plastiques et de résines.

Actuellement, la classification officielle de l'Agence européenne des produits chimiques (ECHA), reconnue au sein de l'Union européenne (UE), est la suivante:

- le bisphénol A est classé comme toxique pour la reproduction, sensibilisant cutané et perturbateur endocrinien^[1];
- le bisphénol B est classé comme perturbateur endocrinien^[2];
- le bisphénol S est classé comme toxique pour la reproduction et perturbateur endocrinien^[3].

ITEH Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 21135:2024](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/2fdaf211-358e-41f8-93e3-b6dd02b08183/iso-21135-2024)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/2fdaf211-358e-41f8-93e3-b6dd02b08183/iso-21135-2024>

Produits chimiques pour l'industrie du tannage du 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 les produits chimiques utilisés par l'industrie du tannage du cuir:

- le bisphénol A;
- le bisphénol AF;
- 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), soit à un spectromètre de masse à triple quadripôle (MS/MS), soit à un détecteur ultraviolet (UV), soit à un détecteur à barrettes de diodes (DAD) ou 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 Le bisphénol S ne peut pas être détecté au moyen d'un FLD.

2 Références normatives

ISO 21135:2024
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/2fdaf211-358e-41f8-93e3-b6dd02b08183/iso-21135-2024>
Le présent document ne contient aucune référence normative.

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 produit chimique 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 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.

ISO 21135:2024(fr)
IULTCS/IUC 442:2024(fr)

- 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 PTFE et de 0,2 µm ou de 0,45 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 0,1 mg.
- 5.7 Pipettes**, de dimensions variées, par exemple, de volumes de 1 ml à 20 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)¹⁾ 67-56-1. Pour la CL-MS/MS, il est nécessaire qu'il soit de qualité CL-MS. Le méthanol de qualité CLHP (chromatographie en phase liquide à haute performance) est approprié pour la CL-UV, la CL-DAD ou la CL-FLD.

6.2 Eau, déionisée ou distillée, de qualité ultrapure pour la CL-MS et la CL-MS/MS, de qualité CLHP pour la CL-DAD, la CL-UV et la CL-FLD.

6.3 Bisphénol A, CAS RN 80-05-7, pureté minimale: 98,0 %.

6.4 Bisphénol AF, CAS RN 1478-61-1, pureté minimale: 98,0 %.

6.5 Bisphénol B, CAS RN 77-40-7, pureté minimale: 98,0 %.

6.6 Bisphénol F, CAS RN 620-92-8, pureté minimale: 98,0 %.

6.7 Bisphénol S, CAS RN 80-09-1, pureté minimale: 98,0 %.

6.8 Solutions mères de mélange de bisphénols A, AF, B, F et S; $\rho = 1$ mg/l, 10 mg/l et 50mg/l.

EXEMPLE Dissoudre 100 mg de chacun des bisphénols, A (6.3), AF (6.4), B (6.5), F (6.6) et S (6.7), dans des fioles jaugées de 100 ml (5.4) distinctes, avec du méthanol (6.1). Des mélanges de solutions mères sont préparés de sorte à obtenir des concentrations de 1 mg/l, de 10 mg/l et de 50 mg/l dans le méthanol.

1) Le CAS Registry Number® [numéro de registre du *Chemical Abstract Service* (CAS), le Service des résumés analytiques de chimie] est une marque 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 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.

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

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 marqués appropriés:

- 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 AF: bisphénol AF-13C12, 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.

6.10 Solutions d'étalonnage des bisphénols.

Pour les techniques de CL-MS/MS ou CL-MS, préparer au moins quatre solutions d'étalonnage, de concentrations en bisphénols comprises entre $\rho = 0,05 \text{ }\mu\text{g/ml}$ et $\rho = 1 \text{ }\mu\text{g/ml}$, en utilisant les solutions mères (6.8); voir le [Tableau 1](#). Pour les techniques de CL-DAD, CL-UV ou CL-FLD, préparer au moins quatre solutions d'étalonnage, de concentrations comprises entre $\rho = 0,5 \text{ }\mu\text{g/ml}$ et $\rho = 20 \text{ }\mu\text{g/ml}$, en utilisant les solutions mères (6.8); voir le [Tableau 2](#).

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

Concentration $\mu\text{g/ml}$	Volume de méthanol (6.1) μl	Volume du mélange de bisphénols à 1 mg/l (6.8) μl	Volume du mélange de bisphénols à 10 mg/l (6.8) μl	Volume d'étalon interne à 50 mg/l (6.9) (uniquement pour la détection par MS) μl
0,05	930	50	0	20
0,1	880	100	0	20
0,2	960	0	20	20
0,5	930	0	50	20
1	880	0	100	20

Tableau 2 — Exemple de solutions d'étalonnage pour la CL-DAD, la CL-UV ou la CL-FLD

Concentration $\mu\text{g/ml}$	Volume de méthanol (6.1) μl	Volume du mélange de bisphénols à 10 mg/l (6.8) μl	Volume du mélange de bisphénols à 50 mg/l (6.8) μl
0,5	950	50	0
2	800	200	0
10	0	1 000	0
20	600	0	400

7 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

Il convient de bien mélanger l'échantillon afin d'obtenir une prise d'essai représentative pour l'analyse.

Dans le cas d'un échantillon en poudre, si les particules sont hétérogènes, procéder à un broyage manuel ou mécanique pour homogénéiser la taille des particules.

8 Mode opératoire

8.1 Extraction

Peser exactement $(0,2 \pm 0,050)$ g de l'échantillon, à 0,001 g près, 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 pendant (60 ± 5) min dans un bain à ultrasons (5.1) préchauffé à (60 ± 5) °C.

Après refroidissement à température ambiante, si la solution d'extraction présente un aspect opalescent ou contient des particules, la centrifuger pendant (5 ± 1) min à $(4\ 000 \pm 400)$ r/min; ensuite, 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, prélever une aliquote de 200 µl de la solution d'extraction filtrée (5.3) 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 (6.9). L'aliquote est à présent prête pour l'analyse par CL-MS ou CL-MS/MS.

NOTE Du fait de la composition de la matrice, il est possible que la solution présente un aspect opalescent à l'issue du mode opératoire d'extraction, en raison de la faible solubilité dans le méthanol des autres composants du produit chimique analysé. Cela n'affecte pas l'efficacité de l'extraction des bisphénols, car ils sont très solubles dans la solution d'extraction.

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-MS) et à l'Annexe C (pour la CL-UV, la CL-DAD et la CL-FLD).

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

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 produit chimique, conformément à la Formule (1):

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

où