NORME INTERNATIONALE

ISO 18218-2

IULTCS/IUC 28-2

Deuxième édition
2019-06

Cuir — Détermination des alkylphénols éthoxylés —

Partie 2: **Méthode indirecte**

Leather — Determination of ethoxylated alkylphenols —

Part 2: Indirect method

Numéros de référence
ISO 18218-2:2019(F)
IULTCS/IUC 28-2:2019(F)

© ISO 2019



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

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
Fax: +41 22 749 09 47
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 Produits chimiques **2**
7 Échantillonnage et préparation des échantillons **3**
7.1 Préparation des échantillons de cuir 3
7.1.1 Échantillonnage et préparation des échantillons 3
7.1.2 Extraction des échantillons 3
7.2 Préparation des échantillons de produits auxiliaires de traitement du cuir 4
7.3 Dosage du blanc 4
7.4 Dosage de l'OP et du NP 4
7.5 Dosage de l'OPEO et du NPEO 4
7.6 Analyse chromatographique 5
7.7 Évaluation 5
8 Étalonnage **5**
8.1 Étalonnage pour le dosage de l'OP et du NP 5
8.2 Étalonnage pour le dosage de l'OPEO et du NPEO 6
9 Calculs **6**
9.1 Calcul des teneurs en OP et en NP 6
9.2 Calcul des teneurs en OPEO et en NPEO 6
10 Rapport d'essai **7**
Annexe A (normative) **Préparation du triiodure d'aluminium** **8**
Annexe B (informative) **Exemple de chromatogrammes de CLHP** **9**
Annexe C (informative) **Exemple de chromatogrammes de CG-SM** **11**
Bibliographie **14**

© ISO 2019 – Tous droits réservés

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 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.

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 du Comité européen de normalisation (CEN) CEN/TC 289, *Cuir*, 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.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 18218-2:2015), qui a fait l'objet d'une révision technique:

— 6.14 et 6.15 ont été ajoutés;

— 7.4, 7.5 et 7.6 ont fait l'objet d'une révision technique;

— 8.1 a été modifié pour inclure une référence à 6.14.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 18218 se trouve 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/fr/members.html.

© ISO 2019 – Tous droits réservés

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. La libération d'éthoxylate de nonylphénol dans l'environnement doit donc être évitée.

En 2003, la Directive européenne 2003/53/CE 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 européen 1907/2006 (REACH).

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:

(C_9 chaîne alkyle, ramifiée ou linéaire) − Ph − $[OCH_2CH_2]_n$ − OH (où Ph = phényle, $n \geq 1$)

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]».

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.

L'ISO 18218-1 spécifie 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 à haute performance (CLHP) couplée à la spectrométrie de masse en tandem avec un analyseur à triple quadripôle, afin d'identifier les éthoxylates de nonylphénol et d'octylphénol.

Le présent document spécifie un mode opératoire 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 à haute performance (CLHP) ou un équipement de chromatographie en phase gazeuse couplé à un spectromètre 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.

© ISO 2019 – Tous droits réservés

Cuir — Détermination des alkylphénols éthoxylés —

Partie 2:
Méthode indirecte

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination des alkylphénols (le nonylphénol et l'octylphénol) et des éthoxylates d'alkylphénol (l'éthoxylate de nonylphénol et l'éthoxylate d'octylphénol) dans le cuir et les produits auxiliaires de traitement. Cette analyse est effectuée par chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP) ou par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG-SM).

L'éthoxylate d'alkylphénol est clivé et l'alkylphénol ainsi formé est dosé.

NOTE L'ISO 18218-1 et le présent document impliquent l'utilisation de solvants différents pour l'extraction des alkylphénols éthoxylés du cuir. Par conséquent, il est attendu que les deux méthodes analytiques donnent des résultats comparables, 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 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 3696:1987, *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 http://www.electropedia.org/

4 Principe

Les échantillons de cuir sont extraits avec de l'acétonitrile au moyen d'un bain à ultrasons. Le nonylphénol (NP) et/ou l'octylphénol (OP) présents dans l'extrait sont ensuite dosés par CLHP ou par CG-SM.

Les produits auxiliaires de traitement du cuir sont dissous dans de l'acétonitrile et le NP et/ou l'OP présents dans la solution sont dosés par CLHP ou par CG-SM.

L'éthoxylate de nonylphénol (NPEO) et l'éthoxylate d'octylphénol (OPEO) présents dans l'extrait ou la solution sont tout d'abord transformés en NP ou en OP, en utilisant du triiodure d'aluminium comme

© ISO 2019 – Tous droits réservés