

Informe de las Comisiones Técnicas

Se han celebrado las siguientes reuniones conjuntas de grupos de trabajo de las comisiones CEN TC 289 WG1, WG2 y WG3 / ISO IULTCS IUC IUP e IUF:

Fecha:

25 y 26 de septiembre de 2019

Lugar:

SSIP - Stazione Sperimentale per L'Industria delle Pelle

Via Campi Flegrei 34

80078 Pozzuoli, Nápoles, Italia.

En estas reuniones participó como representante de AQEIC el Dr. Joaquim Font.

Reunión conjunta CEN/TC 289/WG 1 e IUC Métodos de Análisis Químico

1. Progreso de los trabajos activos (IUC & WG1)

1.1 Nuevos EN e ISO standards ya publicados

-ISO 22517:2019 *Leather – Chemical tests – Determination of pesticide residues content in leather*

Se ha publicado en mayo de 2019.

-ENISO 18218-2/IUC28-2 *Leather – Determination of ethoxylated alkylphenols – Part 2: Indirect method*

Se ha publicado en junio de 2019 la actualización del método anterior de 2015

2. Trabajos activos que se han discutido y consensuado en la reunión

2.1 Documentos que tras la encuesta conjunta CEN/ISO DIS han recibido comentarios:

- **prEN ISO/DIS 13365-1 / IUC 29-1** (*Revision of EN ISO 13365:2011*) *Leather – Chemical determination of the preservative (TCMTB, PCMC, OPP, OIT) content in leather by liquid chromatography – Part 1: Total content.*

- **prEN ISO/DIS 13365-2 / IUC 29-2** (*Revision of EN ISO 13365:2011*) *Leather – Chemical determination of the preservative (TCMTB, PCMC, OPP, OIT) content in leather by liquid chromatography – Part 2: Extractable content.*

La encuesta conjunta DIS de ambos borradores de norma terminó el 11 de Junio de 2019. Se discutieron entre otras las mejoras aportadas por AQEIC en la fase de la encuesta.

Entre otras cosas se resolvió dar una mejor descripción de los reactivos necesarios, fijar mejor las temperaturas de extracción y la frecuencia de trabajo de los baños de ultrasonidos. También se contempla la posibilidad de centrifugar alternativa a la filtración. Y para filtración se recomienda la filtración con filtros de jeringuilla dado el escaso volumen de solución disponible.

Se cambia el nombre de las normas. La parte 1 de la norma será "Acetonitrile extraction method" en lugar de "Total content" y lo mismo en la parte 2, que queda como "Artificial perspiration extraction method"

El Sr. Gustavo Defeo de Ars Tintoria facilitará datos comparados de resultados usando un detector PDA y un detector MSD.

Se discutió acerca de dar un límite de cuantificación (LOQ) pero no se llegó a un acuerdo. El LOQ depende de los laboratorios y de las técnicas empleadas. Se propuso expresar un orden de magnitud, como por ejemplo "This method allows to quantify 10 mg/kg".

- **prENISO/DIS14088 / IUC32** (Revision of ENISO 14088:2012) *Leather - Chemical tests – Quantitative analysis of tanning agents by filter method.*

La encuesta conjunta DIS de este borrador de norma terminó el 10 de Junio de 2019. Se discutieron propuestas aportadas en la fase de la encuesta. Entre otras mejoras y actualizaciones se ha eliminado la referencia a la desaparecida AIICA en el anexo B.

- **prEN ISO/DIS 17234-1 / IUC 20-1** (Revision of EN ISO 17234-1:2011) *Leather – Chemical tests for the determination of certain azo colorants in dyed leathers - Part 1: Determination of certain aromatic amines derived from azo colorants.*

La encuesta conjunta DIS de este borrador de norma terminó el 12 de Junio de 2019. Se discutieron propuestas aportadas en la fase de la encuesta. Entre otras se describe por escrito lo que hay que hacer para conservar un extracto (congelar a -18°C) si un análisis no se puede terminar en una sola jornada de trabajo, lo cual es muy interesante dado que es un análisis bastante largo. La solución stock de aminas se recomienda disolverla en acetonitrilo en lugar de metanol como hasta ahora para mejorar su estabilidad.

Otra propuesta aceptada es que el extracto de t-butyl methyl ether que en la versión anterior se concentraba a un volumen del orden de 1mL ahora se concentrará hasta un orden de 5mL, para evitar riesgo de pérdidas de aminas al manejar un volumen tan pequeño. El calibrado deberá hacerse como mínimo con tres puntos, comprendidos entre 2 y 30 µg/L. Se corrigió un error (la repetición del pico nº 5) en el cromatograma del anexo A.

- **prEN ISO/DIS 18219-1 / IUC 30-1** (*Revision of EN ISO 18219*) *Leather – Determination of chlorinated hydrocarbons in leather — Part 1: Chromatographic method for short chain chlorinated paraffins (SCCP)*

La encuesta conjunta DIS de este borrador de norma terminó el 19 de Junio de 2019. Dado que todavía hay que tomar medidas para mejorar la reproducibilidad del método, que es muy baja, se pospone la discusión para la próxima reunión. Uno de los factores de la mala reproducibilidad es que en curtidos no se usan parafinas cloradas pero si parafinas sulfocloradas.

- **prEN ISO/DIS 18219-2 / IUC 30-2** *Leather – Determination of chlorinated hydrocarbons in leather — Part 2: Chromatographic method for middle chain chlorinated paraffins (MCCP)*

La encuesta conjunta DIS de este borrador de norma terminó el 24 de Septiembre de 2019.

No hubo tiempo para que circularan los comentarios emitidos por los expertos entre los asistentes y pudieran ser discutidos. Se pospone la discusión para la próxima reunión.

- **prEN ISO/DIS 20136 / IUC 37** (*Revision of EN ISO 20136:2017*) *Leather – Determination of degradation by micro-organisms*

La encuesta conjunta DIS de este borrador de norma terminó el 7 de marzo de 2019. El representante de Inescop explicó y defendió los pormenores de este método, muy interesante, pero que tiene la dificultad de que existe un único ejemplar instrumental disponible.

- **prEN ISO/DIS 27587 / IUC 26** (*Revision of EN ISO 27587:2009*) *Leather – Chemical tests – Determination of free formaldehyde in process auxiliaries*

La encuesta conjunta DIS terminó el 9 de septiembre.

No hubo tiempo para que circularan los comentarios emitidos por los expertos entre los asistentes y pudieran ser discutidos. Se pospone la discusión para la próxima reunión.

3. Presentación de un estudio para la actualización de la norma ISO 17226-1 para la determinación del contenido de formaldehído en cuero por HPLC, y discusión para consensuar un plan de trabajo.

En diciembre de 2018 se publicó la norma ISO 17226-1:2018 aunque por un error administrativo el texto final publicado no resolvió un error de método que se manifiesta en pieles que contienen recurtientes del tipo diciandiamida, resinas de urea-formol, y similares.

Por lo tanto, este método necesita ser revisado.

Se ha efectuado un trabajo experimental preliminar entre el SSIP de Nápoles y el CTC de Lyon para explorar posibilidades alternativas de la derivatización para la EN ISO 17226-1:2018.

El objetivo es conseguir un método de derivatización cuyos resultados sean estables con el tiempo, incluso para pieles que contengan formaldehído combinado. Aunque substituir el medio ácido fosfórico a pH aproximadamente 1 del procedimiento de la versión actual de la norma por un medio mucho menos ácido tenga la consecuencia de tener que esperar un mayor tiempo antes de proceder a la inyección en el HPLC, esto se considera que vale la pena si se obtienen resultados estables y reproducibles.

Tras discutir los resultados y las propuestas se llegó a las siguientes conclusiones:

- Los resultados del estudio preliminar son prometedores.
- No se puede proponer un cambio substancial en un método como una norma ISO tras testar sólo 10 pieles por parte de sólo dos laboratorios.
- Ocho laboratorios representados en la reunión probaran el método alternativo de derivatización con unas 10 pieles distintas cada laboratorio, pieles que tengan matrices y cantidades de FM distintas.
- Cada piel se testará por los dos métodos.
- El protocolo de derivatización lo redactará Karine Lio y lo facilitará en LiveLink. El estudio debería estar terminado a finales de noviembre.
- En enero se organizará una reunión para tratar sólo este tema, de forma que en la próxima reunión de marzo en *Milano* ya se pueda presentar un borrador oficial.

Uno de los laboratorios que se presentó como voluntario para el estudio fue el A3 Center de la UdL.

4. Jean Claude Cannot presentó un resumen de la reunión conjunta con la Comisión de Calzado acerca de los PFAs (Perfluoroalkyl Substances).

Se ha emprendido la tarea de identificar todos los PFAs que puedan usarse o haberse usado, haciendo una lista unificada para textil y cuero, trabajando conjuntamente. El trabajo inicial consiste en encontrar los parámetros cromatográficos y de espectroscopía de masas apropiados para cada una de las sustancias de la lista.

La segunda fase consistirá en el desarrollo del sistema de extracción.

5. Progreso de trabajos en marcha

- **ISO 10195: 2018 / IUC 41** Leather — Chemical determination of chromium (VI) content in leather — Thermal pre-ageing of leather and determination of hexavalent chromium.

La adopción de esta norma ISO también como norma EN está progresando adecuadamente.

- **ISO 22517:2019 / IUC 38** Leather – Chemical tests – Determination of pesticide residues content in leather

La adopción de esta norma ISO, publicada en mayo de 2019, para que también sea norma EN está progresando adecuadamente.

Reunión conjunta CEN/TC 289/WG 2 e IUP Métodos de Ensayos Físicos

6. Nuevas normas EN -ISO

- **EN ISO 23910:2019 (Ed. 3) / IUP 44** Leather - Physical and mechanical tests – Determination of stitch tear resistance.

Ha sido publicada en junio de 2019.

6.1 Documentos en voto formal paralelo CEN/ISO

- **FprEN ISO/FDIS 17076-1 (Revision of EN ISO 17076-1:2012) / IUP 48-1.** Leather – Determination of abrasion resistance – Part 1: Taber method

En preparación para enviarlo a voto formal conjunto FDIS.

6.2 Documentos en encuesta paralela CEN/ISO

- **prEN ISO/DIS 5402-1 (Ed. 3) / IUP 20-1** Leather – Determination of flex resistance - Part 1: Flexometer method.

Enviado a encuesta conjunta DIS con liderazgo ISO.

7. Discusión en trabajos activos

7.1 Documentos después de encuesta CEN/ISO

- **prEN ISO/DIS 3376 (Ed. 2) / IUP 6** Leather - Physical and mechanical tests - Determination of tensile strength and percentage extension

La encuesta conjunta con liderazgo ISO de este borrador de norma terminó el 17 de abril de 2019.

Hubo algo de discusión con los comentarios recibidos de esta norma y se decidió que se circularía el documento modificado antes de enviarlo a voto formal para enviar comentarios.

- **prEN ISO/DIS 17131 (Ed.2) / IUP 56** Leather - Identification of leather with microscopy.

La encuesta conjunta liderada por ISO de este borrador de norma terminó el 4 de septiembre de 2019.

7.2 Nuevos trabajos en preparación

- **ISO 17130:2013 / IUP 55 Leather** - Physical and mechanical tests - Determination of dimensional change.

Un borrador preparado conjuntamente por el SSIP, el FILK y el Convenor de la Comisión se pondrá en el LiveLink para estudio y discusión por los expertos (N059 en el e-committee). Debe seguir avanzando.

- **ISO 14268:2012 / IUP 15** Leather — Physical and mechanical tests — Determination of water vapour permeability

INESCOP participará con FILK en un estudio que se está realizando para evaluar si es posible reducir el tiempo de pre-acondicionamiento en este ensayo de permeabilidad al vapor de agua.

8. Revisión de Normas publicadas bajo la responsabilidad de la Comisión WG2/IUP

8.1 Decisions on the comments received during ISO systematic review

- **ISO 3378:2002/ IUP 12** Leather – Physical and mechanical tests - Determination of resistance to grain cracking and grain crack index

Esta norma se revisó y confirmó en 2014. Por este motivo, la versión del 2002 sigue siendo vigente. Los comentarios recibidos se discutirán para decidir si se actualiza.

El *Convenor* de la Comisión, Mike Wilson, anunció que se jubila, por lo que deberá ser nombrado un sustituto.

Reunión conjunta CEN/TC 289/WG 3 e IUF Métodos de Ensayos de Solideces

9. Revisión de Normas publicadas bajo la responsabilidad de la Comisión WG3/IUF

- **ISO 11646:2014/ IUP 32** Leather – Measurement of area

La revisión sistemática concluyó el 4 de junio del 2019.

Se discutieron los comentarios recibidos y un trabajo del SSIP del estudio de medición de área en piel presentado en el Congreso IULTCS de Dresden en este 2019, "*Measurement Of Leather Surface: Variability In The Measurement Using Electronic And Pin Wheel Devices On Different Kind Of Leathers*"

Las tolerancias de referencia para las medidas del área de los cueros están definidas en el Contrato Internacional nº 7 establecido entre el ICT y la ICHLSTA.

Esto ha sido así durante muchos años. No obstante, ha surgido el problema de que estos contratos mencionan la máquina de pivotes para elucidar una posible disputa legal, pero estas máquinas son obsoletas y están desapareciendo de las tenerías y de los centros tecnológicos a favor de las máquinas electrónicas.

La conclusión de los estudios interlaboratorio realizados en este trabajo es que debe actualizarse la norma **ISO 19076:2016 Leather – Measurement of leather surface – Using electronic techniques**. Esta norma debería ser revisada para reducir los factores que en este trabajo se ha identificado que incrementan la variabilidad de los resultados. Los procedimientos de medida deberán ser examinados para cada tipo de máquina electrónica. Todos los tipos existentes se han revelado como capacitados pero debería establecerse un procedimiento oficial diseñado para cada uno de ellos.

Se decidió que el borrador de la revisión se circulará por Livelink para enviar comentarios y en la próxima reunión se decidirá si la norma se revisa o no.

10. Fecha y lugar de la siguiente reunión:

- UNIC, Milan, 3 de Marzo de 2020