



# Testing Methods OEKO-TEX® LEATHER STANDARD

Edition 01.2023

OEKO-TEX\*
International Association for Research and Testing in the Field of Textile and Leather Ecology.
Internationale Gemeinschaft für Forschung und Prüfung auf dem Gebiet der Textil- und Lederökologie

OEKO-TEX° Service GmbH Genferstrasse 23, CH-8002 Zurich +41 44 501 26 00 www.oeko-tex.com



Testing procedures for authorization to use the Prüfverfahren für die Vergabe der Berechtigung OEKO-TEX® LEATHER STANDARD mark

der OEKO-TEX® LEATHER STANDARD Kennzeichnung

#### **Contents** Inhalt

1	pH value	1	pH-Werte
2	Formaldehyde	2	Formaldehyd
2.1	Quantitative determination of the content of free and partially releasable formaldehyde	2.1	Quantitative Bestimmung des Gehaltes an freiem und teilweise abspaltbarem Formaldehyd
3	Heavy metals	3	Schwermetalle
3.1	Extraction with artificial acid sweat solution	3.1	Extraktion mit künstlicher saurer
J.1	Extraction with a finicial acid swear solution	5.1	Schweißlösung
3.2	Total digestion of the samples	3.2	Totalaufschluss von Proben
3.3	Chromium (VI)	3.3	Chrom (VI)
4	Pesticides	4	Pestiziden
5	Chlorinated phenols	5	Chlorierte Phenole
6	Phthalates	6	Phthalate
6.1	Siloxanes	6.1	Siloxane
7	Organic tin compounds	7	Zinnorganische Verbindnungen
8	Short and medium chained chlorinated	8	Kurz- und mittelkettige Chlorparaffine (SCCP
•	paraffins (SCCP & MCCP)	Ū	& MCCP)
9	Per- and polyfluorinated compounds (PFCs) /	9	Per- und polyfluorierte Verbindungen (PFC) /
•	Per- and polyfluoroalkyl substances (PFAS)	,	Per- und Polyfluoralkylsubstanzen (PFAS)
10	Dimethylfumarate (DMFu)	10	Dimethylfumarat (DMFu)
11	Human ecologically critical colorants	11	Humanökologisch bedenkliche Farbmittel
11.1	Cleavable arylamines and aniline	11.1	Spaltbare Arylamine und Anilin
11.2	Dyestuff and pigments with human	11.2	Farbstoffe und Pigmente mit
	ecologically critical properties (allergenic,		humanökologisch kritischen Eigenschaften
	carcinogenic		(allergen, krebserzeugend)
12	Chlorinated benzenes and toluenes	12	Chlorierte Benzolen und Toluolen
13	Polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH)	13	Polycyclische aromatische
	, . ,		Kohlenwasserstoffen (PAK)
14	Solvent residues	14	Lösemittelrückständen
15	UV stabilizers	15	UV-Stabilisatoren
16	Banned flame retardants	16	Verbotene flammhemmende Substanzen
17	Volatile organic compounds (VOCs), glycols,	17	Flüchtige organische Verbindungen (VOCs),
	cresols and chlorinated solvents		Glykole, Kresole und Chlorierte Lösungsmittel
18	Quinoline	18	Quinolin
19	N-nitrosamines and N-nitrosatable	19	N-Nitrosamine und N-nitrosierbare Stoffe
	substances		
20	Surfactants and wetting agent residues	20	Tensid- und Netzmittelrückstände
	(Alkylphenols, Alkylphenol ethoxylates)		(Alkylphenole, Alkylphenolethoxylate)
21	Process preservative agents	21	Prozesskonservierungsmittel
22	N-Methyl-2-pyrrolidone (NMP)	22	N-Methyl-2-pyrrolidone (NMP)
23	Emission	23	Emission
23.1	Quantitative determination of formaldehyde	23.1	Quantitative Bestimmung der
	emitting into the air		Formaldehydabgabe in die Luft
23.2	Emission of volatile and odorous compounds	23.2	Emission flüchtiger und geruchsintensiver
	by gas chromatography		Verbindungen durch Gaschromatographie
24	Glutaraldehyde	24	Glutaraldehyd
25	Phenol and Bisphenols	25	Phenol und Bisphenole
26	Colour fatness	26	Farbechtheiten



27 Odour 27 Geruch

27.1 Odour test on the other articles 27.1 Geruchstest an den anderen Artikeln



#### General remarks

In case an article, which shall be certified according to OEKO-TEX® LEATHER STANDARD, contains also textile and non-textile (e.g. metallic) components, these components are tested according to the conditions and criteria of the OEKO-TEX® STANDARD 100 and the methods used there. For this purpose at this point it is referred to the corresponding documents.

#### **Abbreviations**

- · AAS atom absorption spectrometer
- · CI chemical ionisation
- · DAD diode array detector
- El electron impact
- · EOS optical emission spectrometry
- · FLD fluorescence detector
- IC ion chromatography
- · ICP inductively coupled plasma
- GC gas chromatography
- · LC liquid chromatography
- · MS mass spectrometry
- UV/VIS ultraviolet-visible

#### Allgemeine Hinweise

Sofern ein Artikel, welcher gemäß OEKO-TEX® LE-ATHER STANDARD zertifiziert werden soll, auch textile und nicht-textile (z.B. metallische) Bestandteile enthält, werden diese Bestandteile gemäß den Bedingungen und Kriterien des OEKO-TEX® STANDARD 100 und den dort angewendeten Methoden überprüft. Hierfür wird an dieser Stelle auf die entsprechenden Dokumente verwiesen.

#### Abkürzungen

- AAS atom absorption spectrometer
- · CI chemical ionisation
- DAD diode array detector
- · EI electron impact
- EOS optical emission spectrometry
- · FLD fluorescence detector
- IC ion chromatography
- · ICP inductively coupled plasma
- GC gas chromatography
- · LC liquid chromatography
- MS mass spectrometry
- UV/VIS ultraviolet-visible

#### 1 pH value

The pH value is determined according to ISO 4045 using purified water as extraction solution.

#### pH-Werte

Der pH-Wert wird nach ISO 4045 mit demineralisiertem Wasser als Extraktionslösung bestimmt.

#### 2 Formaldehyde

# 2.1 Quantitative determination of the content of free and partially releasable formaldehyde

The determination of the free and released formaldehyde is performed according to ISO 17226-1 using an aqueous extraction solution.

#### **Formaldehyd**

# Quantitative Bestimmung des Gehaltes an freiem und teilweise abspaltbarem Formaldehyd

Die Bestimmung des freien und freigesetzten Formaldehyds erfolgt nach ISO 17226-1 mit einer wässrigen Extraktionslösung.

#### 3 Heavy metals

### 3.1 Extraction with artificial acid sweat solution

The heavy metals with exception of chromium (VI) are extracted by use of artificial acidic sweat solution according to ISO 17072-1. The extract is analysed by means of ICP-OES, ICP-MS or AAS. Metallic accessories having a surface refinement or coating are subjected additional to a further test for extractable nickel after a pre- treatment (wear and

#### **Schwermetalle**

#### Extraktion mit künstlicher saurer Schweißlösung

Die Schwermetalle mit Ausnahme von Chrom (VI) werden durch künstliche saure Schweißlösung nach ISO 17072-1 extrahiert. Der Extrakt wird mittels ICP-OES, ICP-MS oder AAS analysiert. Metallische Accessoires mit einer Oberflächenveredelung oder Beschichtung werden zusätzlich nach einer Vorbehandlung (Verschleiss und Korrosion nach EN



corrosion according to EN 12472:1998, used for its abrasion medium).

#### 3.2 Total digestion of the samples

The samples are chemically digested using acids to get a clear solution, which is afterwards analysed by means of ICP-OES, ICP-MS or AAS. Different components of the sample, which can be differentiated macroscopically (base material, paints, etc.), are separately digested and analysed. The method is therefore suitable to check the samples for total lead content in reference to the requirement of the American legislation for children's articles (CPSIA, Consumer Product Safety Improvement Act).

#### 3.3 Chromium (VI)

Whenever possible the examination according to ISO 17075-2 (determination by means of ionic chromatography) is performed. When this is not possible, the colorimetric procedure by means of UV/VIS (ISO 17075-1) is performed.

#### 4 Pesticides

The tests for the pesticides which are mentioned in OEKO-TEX® LEATHER STANDARD are performed with cleaned-up extracts by GC-MS and LC-MS.

#### 5 Chlorinated phenols

The tests are performed according to ISO 17070. The substances are stripped off the leather sample by steam distillation. The samples is finally analysed for chlorinated phenols by means of GC-MS(/MS) or GC-ECD.

#### 6 Phthalates

The test is performed by extraction of the testing material with tetrahydrofuran, followed by precipitation of the polymers with n-hexane. The extract is analysed by GC-MS.

#### 6.1 Siloxanes

The test is performed by extraction of the testing material with tetrahydrofuran, followed by precipitation of the polymers with n-hexane. The extract is analysed by GC-MS

#### 7 Organic tin compounds

The method is based on an extraction of the testing material with an ethanol/acetic acid solution and tropolone followed by derivatisation with sodium 12472:1998, verwendet für dessen Schleifmittel) einer weiteren Prüfung auf extrahierbares Nickel unterzogen.

#### **Totalaufschluss von Proben**

Die Proben werden mit Säuren chemisch aufgeschlossen, die anschließend mittels ICP-OES, ICP-MS oder AAS analysiert wird. Verschiedene makroskopisch unterscheidbare Bestandteile der Probe (Grundstoffe, Lacke etc.) werden separat aufgeschlossen und analysiert. Das Verfahren ist daher geeignet, die Proben auf den Gesamtbleigehalt in Anlehnung an die Anforderung der amerikanischen Gesetzgebung für Kinderartikel (CPSIA, Consumer Product Safety Improvement Act) zu überprüfen.

#### Chrom (VI)

Wenn möglich wird die Untersuchung nach ISO 17075-2 (Bestimmung mittels IC) durchgeführt. Wenn dies nicht möglich ist, wird das kolorimetrische Verfahren mittels UV/VIS (ISO 17075-1) durchgeführt.

#### **Pestiziden**

Die Tests auf die im OEKO-TEX® LEATHER STAN-DARD genannten Pestizide werden mit gereinigten Extrakten mittels GC-MS und LC-MS durchgeführt.

#### Chlorierte Phenole

Die Prüfungen werden nach ISO 17070 durchgeführt. Die Substanzen werden durch Wasserdampfdestillation von der Lederprobe abgestreift. Die Proben werden abschließend mittels GC-MS(/MS) oder GC-ECD auf chlorierte Phenole analysiert.

#### **Phthalate**

Der Test wird durch Extraktion des Testmaterials mit Tetrahydrofuran, gefolgt von einer Ausfällung der Polymere mit n-Hexan durchgeführt. Der Extrakt wird durch GC-MS analysiert.

#### **Siloxane**

Der Test wird durch Extraktion des Testmaterials mit Tetrahydrofuran, gefolgt von einer Ausfällung der Polymere mit n-Hexan durchgeführt. Der Extrakt wird durch GC-MS analysiert.

#### Zinnorganische Verbindnungen

Die Methode basiert auf einer Extraktion des Testmaterials mit einer Ethanol/Essigsäure-Lösung und Tropolon, gefolgt von einer Derivatisierung mit



tetraethylborate. The extract is then analysed by GC-MS.

Natriumtetraethylborat. Der Extrakt wird dann durch GC-MS analysiert.

# 8 Short and medium chained chlorinated paraffins (SCCP & MCCP)

The method for the determination of the short and medium chained chlorinated paraffines is based on an extraction of the testing material with dichloromethane/n-hexane, followed by a clean-up and subsequent analysis with GC-MS. For a total analysis (sum of short, medium and long chained chlorinated paraffins) the instrument is operated in the EI mode. CI mode is used for the identification and quantification of the SCCP and MCCP congeners present in the sample.

#### 9 Per- and polyfluorinated compounds (PFCs) / Perand polyfluoroalkyl substances (PFAS)

The method for the determination of PFCs/PFAS is based on an extraction with methanol followed by determination of the PFCs/PFAS by means of LC-MS and GC-MS.

#### 10 Dimethylfumarate (DMFu)

The method bases on an extraction of the samples with acetone. After preconcentration the extracts are analysed with GC-MS.

### 11 Human ecologically critical colorants

#### 11.1 Cleavable arylamines and aniline

The tests for azo dyes, which may be cleaved into arylamines with cancerogenic properties are carried out following the official test methods according to ISO 17234–1 and 17234–2. The test for the aromatic amine aniline (cleavable from colorants as well as for the presence as chemical residue in free manner) is carried out together with the analyses of azo dyes.

#### Kurz- und mittelkettige Chlorparaffine (SCCP & MCCP)

Die Methode zur Bestimmung der kurz- und mittelkettigen Chlorparaffine basiert auf einer Extraktion des Untersuchungsmaterials mit Dichlormethan/n-Hexan, anschließender Aufreinigung und anschließender Analyse mit GC-MS. Für eine Gesamtanalyse (Summe aus kurz-, mittel- und langkettigen Chlorparaffinen) wird das Gerät im El-Modus betrieben. Der Cl-Modus wird zur Identifizierung und Quantifizierung der in der Probe vorhandenen SCCP- und MCCP-Kongenere verwendet.

# Per- und polyfluorierte Verbindungen (PFC) / Per- und Polyfluoralkylsubstanzen (PFAS)

Die Methode zur Bestimmung von PFCs/PFAS ist auf einer Extraktion mit Methanol basiert mit anschliessender Bestimmung der PFCs mittels LC-MS und GC-MS.

#### Dimethylfumarat (DMFu)

Die Methode basiert auf einer Extraktion der Proben mit Aceton. Nach Vorkonzentration werden die Extrakte mit GC-MS analysiert.

#### Humanökologisch bedenkliche Farbmittel

#### Spaltbare Arylamine und Anilin

Die Prüfungen auf Azofarbstoffe, die in Arylamine mit kanzerogenen Eigenschaften gespalten werden können, werden in Anlehnung an die amtlichen Prüfverfahren nach ISO 17234-1 und 17234-2 durchgeführt. Die Prüfung auf das aromatische Amin Anilin (aus Farbstoffen spaltbar sowie auf das Vorhandensein als chemischer Rückstand in freier Weise) wird zusammen mit den Analysen von Azofarbstoffen durchgeführt.



# 11.2 Dyestuff and pigments with human ecologically critical properties (allergenic, carcinogenic

The identification and quantification of dyestuff and pigments is made through a hot chlorobenzene extraction followed by detection with LC-DAD or LC-MS.

### 12 Chlorinated benzenes and toluenes

The method is based on an ultrasonic bath extraction of the testing materials with dichloromethane. The extracts are analysed by means of GC-MS.

#### 13 Polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH)

The method is based on extraction of the test samples with toluene. The extracts are analysed with GC-MS.

#### 14 Solvent residues

The method is based on extraction of the test samples with methanol. After preconcentration the extracts are analysed with GC-MS.

#### 15 UV stabilizers

The method bases on an extraction of the test samples with tetrahydrofuran. The extracts are then analysed with LC-DAD, LC-MS or GC-MS.

#### 16 Banned flame retardants

The determination of the banned flame retardants is performed by extraction of the test material with toluene. The extract is analysed then by LC-MS and GC-MS.

# 17 Volatile organic compounds (VOCs), glycols, cresols and chlorinated solvents

The sample that is to be analysed for organic volatile compounds, glycols, cresols and chlorinated solvents is baked out by thermodesorption technique. The released substances are enriched on suitable

#### Farbstoffe und Pigmente mit humanökologisch kritischen Eigenschaften (allergen, krebserzeugend)

Die Identifizierung und Quantifizierung von Farbstoff und Pigmenten erfolgt durch eine heiße Chlorbenzolextraktion mit anschliessender Detektion mit LC-DAD oder LC-MS.

#### Chlorierte Benzolen und Toluolen

Die Methode ist auf einer Ultraschallbad-Extraktion der Prüfmaterialien mit Dichlormethan basiert. Die Extrakte werden mittels GC-MS analysiert.

### Polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffen (PAK)

Die Methode ist auf der Extraktion der Testproben mit Toluol basiert. Die Extrakte werden mit GC-MS analysiert.

#### Lösemittelrückständen

Die Methode ist auf der Extraktion der Testproben mit Methanol basiert. Nach Vorkonzentration werden die Extrakte mit GC-MS analysiert.

#### **UV-Stabilisatoren**

Die Methode ist auf einer Extraktion der Testproben mit Tetrahydrofuran basiert. Die Extrakte werden dann mit LC-DAD, LC-MS oder GC-MS analysiert.

#### Verbotene flammhemmende Substanzen

Die Bestimmung der verbotenen Flammschutzmittel erfolgt durch Extraktion des Prüfmaterials mit Toluol. Der Extrakt wird dann mittels LC-MS und GC-MS analysiert.

# Flüchtige organische Verbindungen (VOCs), Glykole, Kresole und Chlorierte Lösungsmittel

Die auf flüchtige organische Verbindungen, Glykole und Kresole und Chlorierte Lösungsmittel zu untersuchende Probe wird durch Thermodesorption ausgeheizt. Die freigesetzten Substanzen werden auf



trapping material and afterwards analysed by GC-MS.

geeignetem Fangmaterial angereichert und anschließend per GC-MS analysiert.

#### 18 Quinoline

# The extraction of the samples is done with methanol. The measurement of the of quinoline extracted from the material and is performed in comparison with reference substances by use of LC-MS or GC-MS.

### **Quinolin**Die Extrakti

Die Extraktion der Proben erfolgt mit Methanol. Die Messung des aus dem Material extrahierten Chinolingehaltes erfolgt im Vergleich zu Referenzsubstanzen mittels LC-MS oder GC-MS.

#### 19 N-nitrosamines and Nnitrosatable substances

# The N-nitrosamines and N-nitrosatable substances migrate into a saliva test solution. The N-nitrosatable substances react to N-nitrosamines by acidification. The analysis of the N-nitrosamines and N-nitrosatable substances is done by LC-MS.

#### N-Nitrosamine und N-nitrosierbare Stoffe

Die N-Nitrosamine und N-nitrosierbaren Substanzen wandern in eine Speichel-Testlösung. Die N-nitrosierbaren Substanzen reagieren durch Ansäuern zu N-Nitrosaminen. Die Analyse der N-Nitrosamine und N-nitrosierbaren Substanzen erfolgt mittels LC-MS.

# 20 Surfactants and wetting agent residues (Alkylphenols, Alkylphenol ethoxylates)

### The method is based on extraction of the test samples with methanol. The extracts are then analysed with LC-MS and/or GC-MS.

# Tensid- und Netzmittelrückstände (Alkylphenole, Alkylphenolethoxylate)

Das Verfahren basiert auf der Extraktion der Testproben mit Methanol. Die Extrakte werden dann mit LC-MS und/oder GC-MS analysiert.

#### 21 Process preservative agents

#### The process preservative agents are extracted in an ultrasonic bath extraction with acetonitrile. The filtered extract is then analysed by HPLC-DAD.

#### Prozesskonservierungsmittel

Die Prozesskonservierungsmittel werden in einer Ultraschallbadextraktion mit Acetonitril extrahiert. Der filtrierte Extrakt wird dann durch HPLC-DAD analysiert.

### 22 N-Methyl-2-pyrrolidone (NMP)

### NMP is extracted from the leather samples in an ultrasonic bath with acetone. An aliquot of the extract is then used for a GC-MS analysis.

#### N-Methyl-2-pyrrolidone (NMP)

NMP wird aus den Lederproben im Ultraschallbad mit Aceton extrahiert. Ein Aliquot des Extrakts wird dann für eine GC-MS-Analyse verwendet.

#### 23 Emission

### For the determination of emitted chemicals an emission chamber is used. The methods used are based on ISO 16000-3, 16000-6 and 16000-9.

#### **Emission**

Zur Bestimmung emittierter Chemikalien wird eine Emissionskammer verwendet. Die verwendeten Methoden sind auf ISO 16000-3, 16000-6 und 16000-9 basiert.



#### 23.1 Quantitative determination of formaldehyde emitting into the

The sample is conditioned in the emission chamber under defined climatic conditions. After equilibration, the samples are adsorbed on different adsorbents. The analysis can then be performed by UV/VIS spectrometry or according to ISO 16000-3 using LC-DAD or LC-FLD.

#### 23.2 Emission of volatile and odorous compounds by gas chromatography

The sample is conditioned in the emission chamber. After equilibration, emitted substances are adsorbed on different adsorbents. The analysis is performed by thermal desorption and GC-MS.

#### 24 **Glutaraldehyde**

Glutaraldehyde is extracted from the leather samples in the ultrasonic bath with acetone, followed by an analysis through GC-MS.

#### 25 **Phenol and Bisphenols**

The determination of phenol and bisphenols is performed by extraction of the test material with methanol. The extract is analysed then by HPLC-FLD.

#### Colour fatness 26

In all the colour fastness tests cited below only the fastness grades with respect to staining of the adjacent fabrics are determined. The basic methods for the performing and evaluating the test are ISO 105-A01 and ISO 105-A03. More specifically, following tests are performed:

- Determination of colour fastness to water according to ISO 11642
- Determination of colour fastness to rubbing according to ISO 11640
- Determination of colour fastness to saliva according to ISO 105-A01
- Determination of colour fastness to perspiration Bestimmung der Schweissechtheit nach ISO 11641 according to ISO 11641

#### Quantitative Bestimmung der Formaldehydabgabe in die Luft

Die Probe wird in der Emissionskammer unter definierten klimatischen Bedingungen konditioniert. Nach der Äquilibrierung werden die Proben an verschiedenen Adsorptionsmitteln adsorbiert. Die Analyse kann dann mittels UV/VIS-Spektrometrie oder nach ISO 16000-3 mittels LC-DAD oder LC-FLD erfolgen.

#### Emission flüchtiger und geruchsintensiver Verbindungen durch Gaschromatographie

Die Probe wird in der Emissionskammer konditioniert. Nach der Äquilibrierung werden emittierte Stoffe an verschiedenen Adsorptionsmitteln adsorbiert. Die Analyse erfolgt mittels Thermodesorption und GC-MS.

#### **Glutaraldehyd**

Glutaraldehyd wird aus den Lederproben im Ultraschallbad mit Aceton extrahiert, gefolgt von einer Analyse durch GC-MS.

#### Phenol und Bisphenole

Die Bestimmung von Phenol und Bisphenole erfolgt durch Extraktion des Untersuchungsmaterials mit Methanol, Der Extrakt wird dann durch HPLC-FLD analysiert.

#### **Farbechtheiten**

Bei allen nachfolgend aufgeführten Farbechtheitsprüfungen werden nur die Echtheitsgrade bezüglich Anschmutzung der angrenzenden Gewebe ermittelt. Die grundlegenden Methoden zur Durchführung und Auswertung des Tests sind ISO 105-A01 und ISO 105-A03. Genauer gesagt werden die folgenden Tests durchgeführt:

- Bestimmung der Farbechtheit gegenüber Wasser nach ISO 11642
- Bestimmung der Reibechtheit nach ISO 11640
- Bestimmung der Speichelfarbechtheit nach ISO 105-A01



#### 27 Odour

A sample of defined area is conditioned in a desiccator of set humidity and the odour formed is evaluated sensory by a set of test persons.

#### 27.1 Odour test on the other articles

All articles are subjected to a preliminary odour test, which, if failed, stops the certification procedure. The odour from mould, high boiling fractions of petrol (from colour printing), fish (from permanent finishing) or aromatic hydrocarbons will induce a test failure. Moreover, odorants (perfumes) used for removing or covering the smell of a textile material originating from its production (oil, fats, dyestuffs) must not be defected during sensory odour testing.

#### Geruch

A sample of defined area is conditioned in a desiccator of set humidity and the odour formed is evaluated sensory by a set of test persons.

#### Geruchstest an den anderen Artikeln

Alle Artikel werden einer vorläufigen Geruchsprüfung unterzogen, die bei Nichtbestehen das Zertifizierungsverfahren beendet. Der Geruch von Schimmel, hochsiedenden Benzinanteilen (aus Farbdruck), Fisch (aus Dauerlackierung) oder aromatischen Kohlenwasserstoffen führt zu einem Nichtbestehen der Prüfung. Auch Geruchsstoffe (Parfums), die zur Entfernung oder Überdeckung des herstellungsbedingten Geruchs eines Textilmaterials (Öle, Fette, Farbstoffe) verwendet werden, dürfen bei der sensorischen Geruchsprüfung nicht beanstandet werden.