
**Textiles — Détermination de la
teneur en phtalates — Méthode au
tétrahydrofurane**

*Textiles — Determination of the phthalate content —
Tetrahydrofuran method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 14389:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6f004066-45a5-49da-9cfd-5ac0fca89b22/iso-14389-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6f004066-45a5-49da-9cfd-5ac0fca89b22/iso-14389-2014>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14389:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6f004066-45a5-49da-9cfd-5ac0fca89b22/iso-14389-2014>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2014

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées 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 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 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 Termes et définitions	1
3 Principe	1
4 Réactifs	2
5 Appareillage	2
6 Mode opératoire	3
6.1 Préparation des solutions étalons.....	3
6.2 Extraction ultrasonique et dosage des phtalates.....	4
7 Calcul des résultats	5
7.1 Calcul fondé sur la masse corrigée (par défaut).....	5
7.2 Calcul fondé sur la masse totale (le cas échéant).....	6
8 Rapport d'essai	6
Annexe A (normative) Calculs	8
Annexe B (informative) Exemple de paramètres d'essai utilisés pour la GC-MS	10
Annexe C (informative) Détermination du pourcentage de PVC par une méthode chimique	12
Annexe D (informative) Données statistiques	15
Bibliographie	22

ISO 14389:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6f004066-45a5-49da-9cfd-5ac0fca89b22/iso-14389-2014>

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 (CEI) 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/CEI, 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/CEI, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est appelée 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 sur la liste ISO des déclarations de brevets reçues (voir www.iso.org/patents).

Les éventuelles appellations commerciales utilisées dans le présent document sont données pour information à l'intention des utilisateurs et ne constituent pas une approbation ou une recommandation.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, aussi bien que pour des informations au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: Foreword - Supplementary information.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6f004066-45a5-49da-9cfd-5ac0fca89b22/iso-14389-2014>

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 38, *Textiles*.

Introduction

La présente Norme internationale traite d'une méthode de dosage de certains phtalates dans les articles textiles.

Les phtalates sont communément utilisés comme plastifiants dans les polymères. Les phtalates sont un sujet de préoccupation pour les fabricants de textiles et les distributeurs en raison de leur utilisation dans les décorations fantaisies, les supports textiles revêtus, les impressions plastisols, les boutons, etc.

Les phtalates font l'objet de controverses car des études ont montré qu'à dose élevée beaucoup d'entre eux engendraient une activité hormonale chez les rongeurs et des dégâts sur le foie, les reins, les poumons et le système reproducteur mâle (testicules en gestation).

En raison de leur effet toxicologique potentiel comme perturbateurs endocriniens, certains des phtalates énumérés sont toxiques pour la reproduction. Les phtalates énumérés sont basés sur ceux qui ont fait l'objet de restrictions dans certaines réglementations (par exemple au sein de l'Union Européenne).

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 14389:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6f004066-45a5-49da-9cfd-5ac0fca89b22/iso-14389-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6f004066-45a5-49da-9cfd-5ac0fca89b22/iso-14389-2014>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14389:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6f004066-45a5-49da-9cfd-5ac0fca89b22/iso-14389-2014>

Textiles — Détermination de la teneur en phtalates — Méthode au tétrahydrofurane

AVERTISSEMENT — La présente Norme internationale implique l'usage de substances et/ou la mise en œuvre de modes opératoires qui pourraient être nocifs pour la santé si des précautions adéquates ne sont pas prises. Elle fait uniquement référence à l'aptitude technique et ne dispense aucunement l'utilisateur de satisfaire, à tout moment, aux obligations légales en matière de santé et de sécurité. Il a été supposé, lors de la rédaction de la présente Norme internationale, que l'exécution de ses dispositions était confiée à des opérateurs suffisamment qualifiés et expérimentés.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage de phtalates dans les textiles par chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse (GC-MS) à détecteur sélectif de masse.

La présente Norme internationale s'applique aux produits textiles susceptibles de contenir certains phtalates.

2 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

2.1

matériau plastifié ou assoupli

matière plastique traitée à l'aide de substances chimiques de façon à la rendre plus souple

Note 1 à l'article: Dans la présente Norme internationale, les substances chimiques sont des phtalates.

EXEMPLE Le revêtement, le liant pour impression pigmentaire, etc. sont des exemples de matière plastique.

2.2

textile à recouvrement total

textile apprêté, revêtu ou imprimé de manière continue

2.3

textile à recouvrement local

textile apprêté, revêtu ou imprimé de manière discontinue

2.4

éprouvette représentative

éprouvette obtenue en mélangeant des morceaux de l'ensemble des différentes parties traitées et des couleurs

3 Principe

Les phtalates sont extraits d'une éprouvette textile par un générateur d'ultrasons avec du tétrahydrofurane. Étant donné que le polymère plastique est partiellement ou complètement dissous, l'extraction des phtalates est suivie de la précipitation du polymère dissous avec le solvant approprié (acétonitrile, *n*-hexane, etc.). Après centrifugation et dilution de l'extrait au volume, la chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse (GC-MS) est utilisée pour identifier individuellement les phtalates dans l'éprouvette et pour les quantifier au moyen d'un étalon interne.

4 Réactifs

Sauf spécification contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

4.1 **Tétrahydrofurane (THF)**, n° CAS: 109-99-9.

4.2 **Solvants utilisés pour la précipitation**. Exemples:

4.2.1 **Acétonitrile**, n° CAS: 75-05-8.

4.2.2 ***n*-Hexane**, n° CAS: 110-54-3.

4.3 **Phtalate de dicyclohexyle (DCHP)**, n° CAS: 84-61-7, étalon interne.

4.4 **Phtalate de diisononyle (DINP)**, n° CAS: 28553-12-0 ou 68515-48-0.

4.5 **Phtalate de di-(2-éthylhexyle) (DEHP)**, n° CAS: 117-81-7.

4.6 **Phtalate de di-*n*-octyle (DNOP)**, n° CAS: 117-84-0.

4.7 **Phtalate de diisodécyle (DIDP)**, n° CAS: 26761-40-0 ou 68515-49-1.

4.8 **Phtalate de butyle et de benzyle (BBP)**, n° CAS: 85-68-7.

4.9 **Phtalate de dibutyle (DBP)**, n° CAS: 84-74-2.

4.10 **Phtalate de diisobutyle (DIBP)**, n° CAS: 84-69-5.

4.11 **Phtalate de dipentyle (DPP)**, n° CAS: 131-18-0.

4.12 **Phtalate de diisoheptyle (DIHP)**, n° CAS: 71888-89-6.

4.13 **Phtalate de diméthoxyéthyle (DMEP)**, n° CAS: 117-82-8.

5 Appareillage

5.1 **Chromatographe en phase gazeuse et spectromètre de masse (GC-MS)** à détecteur sélectif de masse (MSD).

5.2 **Flacon**, d'une contenance de 40 ml.

5.3 **Bain à ultrasons thermostatique**, avec une fréquence de (40 ± 5) kHz.

5.4 **Fioles en verre munies de bouchons en verre**, d'une contenance de 100 ml.

5.5 **Fioles jaugées calibrées**, d'une contenance de 50 ml et 100 ml.

5.6 **Pipette volumétrique graduée**, d'une contenance de 10 ml et 20 ml.

5.7 **Balance**, d'une résolution de 0,1 mg.

5.8 Bain d'eau.

5.9 Évaporateur rotatif.

6 Mode opératoire

AVERTISSEMENT — Les vapeurs des solvants organiques sont extrêmement inflammables, en particulier à température élevée. Laisser la verrerie refroidir avant utilisation.

Éviter tout contact direct entre les échantillons et la verrerie et/ou l'équipement utilisé afin de limiter le plus possible la contamination croisée. Après lavage, il convient de rincer à nouveau la verrerie avec de l'acide nitrique 0,1 N, de l'eau, puis de l'acétone. Il convient de laisser sécher complètement la verrerie avant utilisation. Pour éviter toute contamination, ne pas utiliser de récipient en plastique (par exemple pour l'eau).

6.1 Préparation des solutions étalons

6.1.1 Solution d'étalon interne

Préparer une solution mère étalon de 1 000 mg/l d'étalon interne dans le solvant utilisé pour la précipitation (4.2) après l'extraction ultrasonique (voir 6.2).

6.1.2 Préparation des solutions mères étalons

Préparer une série de solutions mères étalons individuelles des différents esters de phtalates dans le solvant utilisé pour la précipitation, comme indiqué dans le [Tableau 1](#).

Par exemple, peser 50,0 mg d'un phtalate dans une fiole jaugée de 50 ml et la remplir jusqu'au trait avec du solvant utilisé pour la précipitation, puis bien mélanger pour dissoudre complètement la substance.

Tableau 1 — Solutions mères étalons

Ester de phtalate	DCHP (étalon interne)	DINP	DEHP	DNOP	DIDP	BBP	DBP	DIBP	DPP	DIHP	DMEP
Concentration, mg/l	1 000										

La plupart des étalons mères peuvent être mélangés. Ceci représente un gain de temps et une économie d'efforts lors de la préparation des solutions d'étalonnage. Les composés DINP, DIDP et DIHP ont des pics qui se chevauchent. Il est recommandé de préparer ces solutions mères étalons séparément car les solutions d'étalonnage correspondantes doivent avoir des concentrations (5x) plus élevées que pour les autres phtalates du fait de leur nature multi-pics. Ceci explique la limite de détection plus élevée dans l'[Annexe B](#).

6.1.3 Préparation des solutions d'étalonnage

À partir des solutions mères étalons, préparer au moins cinq solutions appropriées d'étalonnage des phtalates (par exemple d'une concentration de 1 mg/l, 3 mg/l, 15 mg/l, 30 mg/l et 90 mg/l comme décrit dans le [Tableau 2](#)), chacune contenant une quantité équivalente de phtalates cibles (4.4 à 4.13) et une quantité d'étalon interne (4.3) dans un mélange de tétrahydrofurane et du solvant utilisé pour la précipitation, mélangés en volume selon un rapport de 1:2 (1/3 de tétrahydrofurane pour 2/3 de l'autre solvant), comme indiqué dans le [Tableau 2](#). Il convient que chaque solution d'étalonnage ait une concentration finale en étalon interne de 5 mg/l. Préparer un blanc d'étalonnage. Analyser les solutions d'étalonnage et le blanc d'étalonnage par GC-MS. Analyser qualitativement le résultat pour garantir des temps de rétention adaptés et l'absence de contamination, puis tracer la courbe d'étalonnage.

Tableau 2 — Exemples de solutions d'étalonnage

Concentration	Instructions
Blanc	Dans une fiole jaugée de 50 ml, ajouter 0,25 ml de la solution mère d'étalon interne (DCHP); compléter ensuite jusqu'au trait avec un mélange de tétrahydrofurane et du solvant utilisé pour la précipitation, mélangés en volume selon un rapport de 1:2 (1/3 de tétrahydrofurane pour 2/3 de l'autre solvant).
1 mg/l	Ajouter 0,1 ml de chaque solution mère étalon dans une fiole jaugée de 100 ml et 0,5 ml de la solution mère d'étalon interne (DCHP); compléter ensuite jusqu'au trait avec un mélange de 1/3 de tétrahydrofurane et de 2/3 du solvant utilisé pour la précipitation.
3 mg/l	Ajouter 0,3 ml de chaque solution mère étalon dans une fiole jaugée de 100 ml et 0,5 ml de la solution mère d'étalon interne (DCHP); compléter ensuite jusqu'au trait avec un mélange de 1/3 de tétrahydrofurane et de 2/3 du solvant utilisé pour la précipitation.
15 mg/l	Ajouter 0,75 ml de chaque solution mère étalon dans une fiole jaugée de 50 ml et 0,25 ml de la solution mère d'étalon interne (DCHP); compléter ensuite jusqu'au trait avec un mélange de 1/3 de tétrahydrofurane et de 2/3 du solvant utilisé pour la précipitation.
30 mg/l	Ajouter 1,5 ml de chaque solution mère étalon dans une fiole jaugée de 50 ml et 0,25 ml de la solution mère d'étalon interne (DCHP); compléter ensuite jusqu'au trait avec un mélange de 1/3 de tétrahydrofurane et de 2/3 du solvant utilisé pour la précipitation.
90 mg/l	Ajouter 4,5 ml de chaque solution mère étalon dans une fiole jaugée de 50 ml et 0,25 ml de la solution mère d'étalon interne (DCHP); compléter ensuite jusqu'au trait avec un mélange de 1/3 de tétrahydrofurane et de 2/3 du solvant utilisé pour la précipitation.

Si des ions cibles autres que 149 sont utilisés pour la quantification des composés DEHP, DNOP, DINP, DIDP et DIHP, tous les phtalates énumérés peuvent être étalonnés et quantifiés ensemble.

Les ions types de quantification des phtalates sont indiqués dans l'[Annexe B](#).

Le DIDP et le DINP se chevauchant sur le chromatogramme, choisir les ions cibles indiqués à l'[Annexe B](#).

Si la concentration de certains phtalates dans la solution d'extraction d'une éprouvette se situe hors des limites de la courbe d'étalonnage, diluer la solution avec un mélange composé de 1/3 de tétrahydrofurane et de 2/3 du solvant utilisé pour la précipitation contenant 5 mg/l d'étalon interne, afin de pouvoir quantifier correctement l'échantillon.

NOTE Les solutions mères étalons se conservent entre 0 °C et 4 °C pendant 12 mois au maximum, et les solutions d'essai entre 0 °C et 4 °C pendant 6 mois au maximum ou avant si des problèmes sont détectés lors du contrôle qualité réalisé.

6.2 Extraction ultrasonique et dosage des phtalates

6.2.1 Généralités

L'extraction ultrasonique est réalisée avec du tétrahydrofurane sur des éprouvettes préparées en double à partir de chaque échantillon de textile; elle est suivie d'une précipitation du composant plastique (partiellement ou complètement) dissous au moyen d'un solvant approprié, d'une centrifugation et du dosage des phtalates. Un blanc est utilisé en parallèle pour éviter les erreurs dues à la contamination par l'environnement du laboratoire.

NOTE Par exemple, le polychlorure de vinyle (PVC) est complètement dissous dans le tétrahydrofurane.

6.2.2 Préparation de l'éprouvette

Une éprouvette représentative doit être préparée en mélangeant des morceaux découpés dans chaque zone revêtue/partie de l'échantillon de textile. Découper l'éprouvette représentative en petits morceaux (moins de 5 mm sur le plus grand côté), homogénéiser et peser ($0,30 \pm 0,01$) g de ces morceaux dans

chacun des deux flacons étanches de 40 ml (5.2) fermés avec un septum en PTFE. S'assurer que les flacons restent étanches dans le bain à ultrasons (5.3) pendant toute la durée du processus d'extraction.

Au moyen d'une pipette volumétrique graduée (5.6), ajouter dans chaque flacon 10 ml de tétrahydrofurane (4.1) contenant 5 mg/l d'étalon interne (4.3).

6.2.3 Mode opératoire d'extraction

Placer les flacons dans le bain à ultrasons (5.3) à (60 ± 5) °C pendant $1 \text{ h} \pm 5 \text{ min}$ pour permettre l'extraction des phtalates (par dissolution complète ou partielle du polymère). Ensuite, sortir les flacons du bain et les laisser reposer jusqu'à ce que la solution d'extraction refroidisse à température ambiante.

Au moyen d'une pipette volumétrique graduée, ajouter goutte à goutte dans chaque flacon 20 ml du solvant utilisé pour la précipitation (4.2) contenant 5 mg/l d'étalon interne.

Agiter vigoureusement les flacons (de préférence avec un agitateur de type vortex) pendant au moins 30 s, puis les laisser reposer pendant (30 ± 2) min pour permettre la précipitation du polymère.

Centrifuger les flacons à au moins 700 *g* (par exemple 2 500 tr/min pour un rayon de 10 cm) pendant au moins 10 min pour ramener tout précipité résiduel du polymère en suspension dans la phase organique vers le fond, afin d'obtenir une solution organique transparente. Ensuite, prélever et transférer une aliquote de la solution organique dans deux tubes de GC appropriés en vue de l'analyse par GC-MS.

ATTENTION — L'injection directe dans le GC-MS d'une solution avec des matières en suspension ou d'une solution trouble pourrait contaminer l'équipement.

Si nécessaire, préparer d'autres solutions diluées avec un volume approprié du mélange de tétrahydrofurane (4.1) et du solvant utilisé pour la précipitation (4.2) mélangés en volume selon un rapport de 1:2 (1/3 de tétrahydrofurane pour 2/3 de l'autre solvant) contenant 5 mg/l d'étalon interne (4.3), puis répéter l'analyse.

ISO 14389:2014

6.2.4 Dosage des phtalates

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6f004066-45a5-49da-9cfd-5ac0fca89b22/iso-14389-2014>

Doser les phtalates extraits en 6.2.3 par GC-MS (5.1). Un exemple de programme et des paramètres utilisés pour l'analyse par GC-MS des phtalates cibles est donné dans l'Annexe B.

Dans certains cas, lorsque la teneur en phtalates est très faible, il peut être nécessaire d'augmenter la masse des éprouvettes.

7 Calcul des résultats

7.1 Calcul fondé sur la masse corrigée (par défaut)

Déterminer sur la courbe d'étalonnage la réponse de chaque phtalate, en tenant compte de l'aire du pic de l'étalon interne et interpoler la concentration du phtalate, en milligrammes par litre (mg/l), pour

tenir compte des dilutions éventuelles. Soustraire la concentration du blanc de la concentration des éprouvettes. Calculer le résultat à l'aide de la Formule (1):

$$w_c = \frac{V \times (b \times F - a)}{m_c \times 10\ 000} \quad (1)$$

où

- w_c est le pourcentage de chaque phtalate, fondé sur la masse corrigée de l'éprouvette;
- V est égal à 30 ml, soit le volume total de la solution de phtalate avant toute dilution (10 ml de tétrahydrofurane pour l'extraction + 20 ml de solvant pour l'étape de précipitation);
- m_c est la masse corrigée de l'éprouvette (g);
- a est la concentration de chaque phtalate de la solution de blanc (mg/l);
- b est la concentration de chaque phtalate de la solution éprouvette (mg/l);
- F est le facteur de dilution.

La détermination de la masse corrigée de l'éprouvette est indiquée dans l'[Annexe A](#), avec un exemple de calcul. Le matériau à recouvrement total est illustré à la [Figure A.1](#) et celui à recouvrement local à la [Figure A.2](#).

S'il n'est pas possible d'obtenir la masse corrigée de l'éprouvette, m_c , faire la remarque correspondante dans le rapport d'essai et calculer le résultat comme indiqué en [7.2](#).

7.2 Calcul fondé sur la masse totale (le cas échéant)

S'il n'est pas possible d'obtenir la masse corrigée de l'éprouvette, m_c , comme décrit dans l'[Annexe A](#) et de l'utiliser pour le calcul des résultats, calculer le résultat à l'aide de la Formule (2):

$$w_T = \frac{V \times (b \times F - a)}{m_T \times 10\ 000} \quad (2)$$

où

- w_T est le pourcentage de chaque phtalate, fondé sur la masse totale de l'éprouvette;
- V est égal à 30 ml, soit le volume total de la solution de phtalate avant toute dilution (10 ml de tétrahydrofurane pour l'extraction + 20 ml de solvant pour l'étape de précipitation);
- m_T est la masse totale de l'éprouvette (g);
- a est la concentration de chaque phtalate de la solution de blanc (mg/l);
- b est la concentration de chaque phtalate de la solution éprouvette (mg/l);
- F est le facteur de dilution.

8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comporter les indications suivantes:

- a) une référence à la présente Norme internationale, à savoir ISO 14389;
- b) tous les détails nécessaires à l'identification complète de l'échantillon soumis à essai;