



PROJET DE NORME INTERNATIONALE ISO/DIS 14389

ISO/TC 38

Secrétariat: JISC

Début de vote
2012-10-01

Vote clos le
2013-01-01

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Textiles — Détermination du contenu des phtalates

Textiles — Determination of the content of phthalates

ICS 59.060.01

Pour accélérer la distribution, le présent document est distribué tel qu'il est parvenu du secrétariat du comité. Le travail de rédaction et de composition de texte sera effectué au Secrétariat central de l'ISO au stade de publication.

To expedite distribution, this document is circulated as received from the committee secretariat. ISO Central Secretariat work of editing and text composition will be undertaken at publication stage.

CE DOCUMENT EST UN PROJET DIFFUSÉ POUR OBSERVATIONS ET APPROBATION. IL EST DONC SUSCEPTIBLE DE MODIFICATION ET NE PEUT ÊTRE CITÉ COMME NORME INTERNATIONALE AVANT SA PUBLICATION EN TANT QUE TELLE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

Notice de droit d'auteur

Ce document de l'ISO est un projet de Norme internationale qui est protégé par les droits d'auteur de l'ISO. Sauf autorisé par les lois en matière de droits d'auteur du pays utilisateur, aucune partie de ce projet ISO ne peut être reproduite, enregistrée dans un système d'extraction ou transmise sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé électronique ou mécanique, y compris la photocopie, les enregistrements ou autres, sans autorisation écrite préalable.

Les demandes d'autorisation de reproduction doivent être envoyées 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

Toute reproduction est soumise au paiement de droits ou à un contrat de licence.

Les contrevenants pourront être poursuivis.

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
7 Calcul des résultats	5
8 Rapport d'essai	6
Annexe A (normative) Calculs	7
A.1 Recouvrement total	7
A.2 Recouvrement local	8
Annexe B (informative) Exemple de paramètres d'essai utilisés pour la GC-MS	9
Annexe C (informative) Détermination du pourcentage en masse de PVC par une méthode chimique	11
C.1 Principe	11
C.2 Appareillage	11
C.3 Réactifs	11
C.4 Échantillonnage	11
C.5 Mode opératoire d'essai	12
C.6 Calcul des résultats	12
Annexe D (informative) Données statistiques	14
D.1 Récapitulatif	14
D.2 Résultats de l'essai interlaboratoires pour les méthodes 1 à 4	16
D.3 Plages des écarts-types relatifs de répétabilité et de reproductibilité par méthode	19
D.4 Comparaison des résultats calculés en mg de phtalate par kg de PVC pour les échantillons A et E	20
D.5 Taux de reprise théorique des phtalates	20
Bibliographie	22

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

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.

L'ISO 14389 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 38, *Textiles*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standard.iteh.ai)
Full standard available on
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45a5-49da-9cfd-5ac0fca89b22/iso-14389-2011>

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. Des inquiétudes se sont fait jour quant à leur effet toxicologique potentiel comme perturbateurs endocriniens et certains des phtalates énumérés sont toxiques pour la reproduction. Le niveau de publicité dont ils font l'objet dans les médias garantit que leur utilisation continuera à poser problème aux consommateurs.

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).

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/68004068-45a5-49da-9cfd-5ac0fca89b22/iso-14389-2014>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/68004066-45a5-49da-9cfd-5ac0fca89b22/iso-14389-2014>

Textiles — Dosage des phtalates — Méthode tétrahydrofuranne-acétonitrile

AVERTISSEMENT — La présente norme implique l'usage de substances et/ou la mise en œuvre de modes opératoires qui peuvent 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, que l'exécution de ses dispositions était confiée à un opérateur suffisamment qualifié et expérimenté.

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 (revêtement, liant pour impression pigmentaire, etc.) traitée à l'aide de substances chimiques (dans le cas présent, des phtalates) de façon à la rendre plus souple

2.2

textile à recouvrement total

textile fini, revêtu ou imprimé de manière continue

2.3

textile à recouvrement local

textile fini, 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 un mélange tétrahydrofuranne/acétonitrile (le polychlorure de vinyle – PVC – est dissous dans le tétrahydrofuranne, puis précipité avec de l'acétonitrile). Après dilution de l'extrait au volume, la chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse (GC-MS) est utilisée pour doser 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 **Acétonitrile (ACN)**, n° CAS 75-05-8.
- 4.3 **Phtalate de diisononyl (DINP)**, n° CAS 28553-12-0 ou 68515-48-0.
- 4.4 **Phtalate de bis-(2-éthylhexyle) (DEHP)**, n° CAS 117-81-7.
- 4.5 **Phtalate de di-n-octyle (DNOP)**, n° CAS 117-84-0.
- 4.6 **Phtalate de diisodécyle (DIDP)**, n° CAS 26761-40-0 ou 68515-49-1.
- 4.7 **Phtalate de butyle et de benzyle (BBP)**, n° CAS 85-68-7.
- 4.8 **Phtalate de dibutyle (DBP)**, n° CAS 84-74-2.
- 4.9 **Phtalate de diméthyle (DIBP)**, n° CAS 84-69-5.
- 4.10 **Phtalate de dipentyle (DPP)**, n° CAS : 131-18-0, étalon interne

5 Appareillage

- 5.1 **Chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse (GC-MS)** à détecteur sélectif de masse (MSD).
- 5.2 **Flacon**, 40 ml.
- 5.3 **Bain à ultrasons thermostatique**, avec une fréquence de 40 kHz.
- 5.4 **Fioles à bouchon rodé**, 100 ml.
- 5.5 **Fioles jaugées calibrées**, 50 ml et 100 ml.
- 5.6 **Pipette volumétrique graduée**, 10 ml et 20 ml.
- 5.7 **Balance**, d'une résolution de 0,1 mg.
- 5.8 **Bain de vapeur ou évaporateur rotatif**.

6 Mode opératoire

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

6.1 Préparation des solutions étalons

6.1.1 Solution d'étalon interne

Préparer une solution mère de 1 000 µg/ml d'étalon interne dans l'acétonitrile en vue de l'extraction par onde ultrasonique (6.2).

6.1.2 Solution étalon

Préparer une série de solutions mères étalons des différents esters de phtalates dans l'acétonitrile, 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 de l'acétonitrile, puis bien mélanger pour dissoudre complètement la substance.

Tableau 1 — Solutions mères

Ester de phtalate	DIDP	DINP	DBP	BBP	DNOP	DEHP	DIBP	DPP (étalon interne)
Concentration, µg/ml	1 000	1 000	1 000	1 000	1 000	1 000	1 000	1 000

6.1.3 Préparation des solutions d'étalonnage

À partir des solutions mères étalons, préparer les cinq solutions d'étalonnage suivantes (concentration théorique de 1 mg/l, 3 mg/l, 15 mg/l, 30 mg/l, 90 mg/l) dans du *n*-hexane contenant tous les phtalates. À partir des solutions mères étalons, préparer des solutions appropriées d'étalonnage des phtalates dans le mélange tétrahydrofurane/acétonitrile 33/66 (v/v).

Tableau 2 — Solutions d'étalonnage

Concentration	Instructions
1 mg/l	Ajouter 0,1 ml de chaque solution mère de phtalate dans une fiole jaugée de 100 ml et 0,5 ml de la solution mère d'étalon interne (DPP), puis remplir jusqu'au trait avec le mélange tétrahydrofurane/acétonitrile 33/66 (v/v).
3 mg/l	Ajouter 0,3 ml de chaque solution mère de phtalate dans une fiole jaugée de 100 ml et 0,5 ml de la solution mère d'étalon interne (DPP), puis remplir jusqu'au trait avec le mélange tétrahydrofurane/acétonitrile 33/66 (v/v).
15 mg/l	Ajouter 0,75 ml de chaque solution mère de phtalate dans une fiole jaugée de 50 ml et 0,25 ml de la solution mère d'étalon interne (DPP), puis remplir jusqu'au trait avec le mélange tétrahydrofurane/acétonitrile 33/66 (v/v).
30 mg/l	Ajouter 1,5 ml de chaque solution mère de phtalate dans une fiole jaugée de 50 ml et 0,25 ml de la solution mère d'étalon interne (DPP), puis remplir jusqu'au trait avec le mélange tétrahydrofurane/acétonitrile 33/66 (v/v).
90 mg/l	Ajouter 4,5 ml de chaque solution mère de phtalate dans une fiole jaugée de 50 ml et 0,25 ml de la solution mère d'étalon interne (DPP), puis remplir jusqu'au trait avec le mélange tétrahydrofurane/acétonitrile 33/66 (v/v).

6.1.4 Solution d'essai

Préparer une solution d'essai de phtalates dans l'acétonitrile d'une concentration adaptée en fonction des besoins d'essai.

Choisir (ou préparer) au moins trois dilutions appropriées des séries d'étalonnage pour obtenir des courbes d'étalonnage, ajouter à chacune une quantité appropriée d'étalon interne et procéder à l'analyse par GC-MS. Les ions types de quantification des phtalates sont indiqués dans l'Annexe B.

NOTE Le DIDP et le DINP se chevauchant sur le chromatogramme, choisir les ions cibles indiqués à l'Annexe B.

Il est nécessaire de diluer correctement la solution de l'éprouvette dissoute lorsque la concentration est située hors de la plage linéaire de réponse de l'équipement.

NOTE La solution mère étalon se conserve entre 0 °C et 4 °C pendant douze mois, et la solution d'essai entre 0 °C et 4 °C pendant six mois.

6.2 Extraction par onde ultrasonique

Extraire chaque éprouvette en double et pratiquer un essai à blanc pour contrôler la contamination.

L'éprouvette textile doit être découpée dans la partie revêtue de l'échantillon. Découper une éprouvette représentative en petits morceaux et peser ($0,30 \pm 0,01$) g de ces morceaux dans un flacon de 40 ml (5.2) muni d'un bouchon en PTFE (choisir le bouchon de sorte qu'il reste étanche pendant tout le processus de dissolution dans le bain à ultrasons). Ajouter, au moyen d'une pipette volumétrique ou automatique (5.6), 10 ml de tétrahydrofurane (4.1) contenant 5 mg/l d'étalon interne (DPP).

Placer le flacon dans le bain à ultrasons (5.3) pendant $1,0 \pm 0,5$ min à (60 ± 5) °C (dissolution du PVC) et attendre le retour de l'éprouvette à température ambiante. Précipiter le polymère en ajoutant goutte à goutte 20 ml (mesurés au moyen d'une pipette volumétrique ou automatique) d'acétonitrile contenant 5 mg/l d'étalon interne (DPP).

Agiter vigoureusement le flacon (de préférence avec un vortex pendant au moins 30 s) et attendre (30 ± 2) min pour permettre la précipitation du PVC.

Centrifuger à 2 500 tr/min pendant (10 ± 2) min, puis transférer un volume de la phase organique dans un tube de GC approprié et procéder à l'analyse par GC-MS. Si nécessaire, préparer d'autres solutions diluées de la solution d'origine et répéter l'analyse après avoir ajouté le volume approprié de mélange tétrahydrofurane/acétonitrile 33/66 (v/v) contenant 5 mg/l d'étalon interne.

6.3 Dosage des phtalates

Doser les phtalates extraits en 5.2 par GC-MS (5.1). Un exemple des paramètres d'essai utilisés pour la GC-MS est donné dans l'Annexe B.

Dans certains cas, lorsque le niveau de phtalates est très faible, il est nécessaire d'augmenter la masse des morceaux et/ou de concentrer l'extrait en utilisant l'évaporateur rotatif (5.8) pour atteindre au moins trois fois la limite de détection.