
**Chaussures — Substances critiques
potentiellement présentes dans
la chaussure et les composants
de chaussure — Méthodes d'essai
pour déterminer quantitativement
les hydrocarbures aromatiques
polycycliques (HAP) dans les
matériaux de chaussure**

Footwear — Critical substances potentially present in footwear and footwear components — Test method to quantitatively determine polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) in footwear materials



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/TS 16190:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ccbe2b66-46fd-46fe-98c7-3cefcc77eace/iso-ts-16190-2013>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2013

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
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Produits chimiques	1
5 Appareillage et matériaux	2
6 Mode opératoire	3
6.1 Préparation des solutions d'étalonnage.....	3
6.2 Préparation de l'échantillon.....	4
6.3 Extraction.....	4
6.4 Détermination.....	4
7 Quantification	5
8 Performance de la méthode	5
9 Rapport d'essai	5

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO/TS 16190:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ccbe2b66-46fd-46fe-98c7-3cefcc77eace/iso-ts-16190-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ccbe2b66-46fd-46fe-98c7-3cefcc77eace/iso-ts-16190-2013>

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.

Dans d'autres circonstances, en particulier lorsqu'il existe une demande urgente du marché, un comité technique peut décider de publier d'autres types de documents normatifs:

- une Spécification publiquement disponible ISO (ISO/PAS) représente un accord entre les experts dans un groupe de travail ISO et est acceptée pour publication si elle est approuvée par plus de 50 % des membres votants du comité dont relève le groupe de travail;
- une Spécification technique ISO (ISO/TS) représente un accord entre les membres d'un comité technique et est acceptée pour publication si elle est approuvée par 2/3 des membres votants du comité.

Une ISO/PAS ou ISO/TS fait l'objet d'un examen après trois ans afin de décider si elle est confirmée pour trois nouvelles années, révisée pour devenir une Norme internationale, ou annulée. Lorsqu'une ISO/PAS ou ISO/TS a été confirmée, elle fait l'objet d'un nouvel examen après trois ans qui décidera soit de sa transformation en Norme internationale soit de son annulation.

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/TS 16190 a été élaborée par le comité technique CEN/TC 309, *Chaussures* du Comité européen de normalisation (CEN) en collaboration avec le comité technique ISO/TC 216, *Chaussures*, conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Chaussures — Substances critiques potentiellement présentes dans la chaussure et les composants de chaussure — Méthodes d'essai pour déterminer quantitativement les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) dans les matériaux de chaussure

ATTENTION — L'utilisation d'hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) peut être dangereuse.

1 Domaine d'application

La présente Spécification technique spécifie une méthode pour déterminer la quantité d'hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) dans les chaussures et les composants de chaussures.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à l'application 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/TR 16178:2012, *Chaussures — Substances critiques potentiellement présentes dans la chaussure et les composants de chaussures*

ISO/TS 16190:2013

ISO 17993:2002, *Qualité de l'eau — Dosage de 15 hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) dans l'eau par HPLC avec détection par fluorescence après extraction liquide-liquide*

ISO 28540:2011, *Qualité de l'eau — Détermination de 16 hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) dans l'eau — Méthode par chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse (CG-SM)*

3 Principe

L'échantillon d'essai est extrait au *n*-hexane à 60 °C dans un bain à ultrasons pendant 1 h, puis une aliquote est analysée par des techniques chromatographiques.

L'ISO/TR 16178:2012, Tableau 1, définit les matériaux qui sont concernés par cette détermination.

4 Produits chimiques

Tous les produits chimiques utilisés doivent être de qualité analytique.

4.1 *n*-Hexane, n° CAS¹⁾: 110-54-3.

4.2 Solution mère certifiée de HAP, contenant les 18 composés différents spécifiés en 6.4, à une concentration de 100 µg/ml chacun.

NOTE Des solutions commerciales sont disponibles sur le marché.

4.3 Étalons internes

— Naphtalène-d8, n° CAS: 1146-65-2;

1) CAS: Chemical Abstracts Service.

ISO/TS 16190:2013(F)

- Pyrène-d10, n° CAS: 1718-52-1;
- Pérylène-d12, n° CAS: 1520-96-3;
- Anthracène-d10, n° CAS: 1719-06-8;
- Phénanthrène-d10, n° CAS: 1517-22-2;
- Triphénylbenzène, n° CAS: 612-71-5;
- Benzo[a]pyrène-d12, n° CAS:

NOTE La liste suivante fournit un exemple de correspondance entre les HAP et les étalons internes deutériés correspondants:

Nom	Étalon interne
Naphtalène	Naphtalène-d8
Acénaphtylène	Pyrène-d10 ou anthracène-d10 ou phénanthrène-d10
Acénaphène	Pyrène-d10 ou anthracène-d10 ou phénanthrène-d10
Fluorène	Pyrène-d10 ou anthracène-d10 ou phénanthrène-d10
Phénanthrène	Pyrène-d10 ou anthracène-d10 ou phénanthrène-d10
Anthracène	Pyrène-d10 ou anthracène-d10 ou phénanthrène-d10
Fluoranthène	Pyrène-d10 ou anthracène-d10 ou phénanthrène-d10
Pyrène	Pyrène-d10 ou anthracène-d10 ou phénanthrène-d10
Benzo[a]anthracène	Pyrène-d10 ou anthracène-d10 ou phénanthrène-d10
Benzo[e]pyrène	Pyrène-d10 ou anthracène-d10 ou phénanthrène-d10
Benzo[j]fluoranthène	Pyrène-d10 ou anthracène-d10 ou phénanthrène-d10
Chrysène	Pyrène-d10 ou anthracène-d10 ou phénanthrène-d10
Benzo[b]fluoranthène	Benzo[a]pyrène-d12 ou pérylène-d12 ou triphénylbenzène
Benzo[k]fluoranthène	Benzo[a]pyrène-d12 ou pérylène-d12 ou triphénylbenzène
Benzo[a]pyrène	Benzo[a]pyrène-d12 ou pérylène-d12 ou triphénylbenzène
Indéno[1,2,3-cd]pyrène	Benzo[a]pyrène-d12 ou pérylène-d12 ou triphénylbenzène
Dibenzo[a,h]anthracène	Benzo[a]pyrène-d12 ou pérylène-d12 ou triphénylbenzène
Benzo[g,h,i]pérylène	Benzo[a]pyrène-d12 ou pérylène-d12 ou triphénylbenzène

4.4 Conservation: la solution mère certifiée de HAP (4.2) et les étalons internes (4.3) doivent être conservés à (4 ± 3) °C et dans l'obscurité.

5 Appareillage et matériaux

5.1 Balance analytique.

5.2 Bocal, pouvant être fermé par un couvercle.

5.3 Bain à ultrasons, dont la température est réglable.

5.4 Micropipettes, de 50 µl et 100 µl.

5.5 Pipette, de 0,5 ml à 5 ml.

5.6 Fioles jaugées, de 10 ml et 100 ml.

5.7 Techniques chromatographiques appropriées pour l'analyse des HAP.

EXEMPLE Il est possible d'utiliser un chromatographe en phase liquide à haute performance (CLHP) avec un détecteur de fluorescence (DFL) et un détecteur à barrettes de diodes (DBD), ou avec un détecteur sélectif de masse (SM ou SM-SM), ou un chromatographe en phase gazeuse avec un détecteur sélectif de masse (CG-SM ou CG-SM-SM).

5.8 Filtre à membrane en PTFE, d'une porosité de 0,45 µm.

6 Mode opératoire

6.1 Préparation des solutions d'étalonnage

6.1.1 Solutions mères d'étalons internes (100 µg/ml chacune).

Utiliser la balance analytique (5.1) pour peser 0,01 g de chaque étalon interne (4.3) dans plusieurs fioles jaugées de 100 ml (5.6), puis compléter au volume avec du *n*-hexane (4.1).

La durée de conservation de la solution mère d'étalon interne est de 3 mois; elle doit être conservée à (4 ± 3) °C et dans l'obscurité.

NOTE Des solutions commerciales sont disponibles sur le marché pour réaliser la solution mère d'étalon interne.

6.1.2 Solution d'étalon interne (5 µg/ml).

Transférer 0,5 ml de chaque solution d'étalon interne (6.1.1) dans une fiole jaugée de 10 ml (5.6), puis compléter au volume avec du *n*-hexane (4.1).

6.1.3 HAP.

Les 18 HAP suivants sont pertinents:

Naphtalène	n° CAS: 91-20-3
Acénaphthylène	n° CAS: 208-96-8
Acénaphtène	n° CAS: 83-32-9
Fluorène	n° CAS: 86-73-7
Phénanthrène	n° CAS: 85-01-8
Anthracène	n° CAS: 120-12-7
Fluoranthène	n° CAS: 206-44-0
Pyrène	n° CAS: 129-00-0
Benzo[a]anthracène	n° CAS: 56-55-3
Benzo[e]pyrène	n° CAS: 192-97-2
Benzo[j]fluoranthène	n° CAS: 205-82-3
Chrysène	n° CAS: 218-01-9

ISO/TS 16190:2013(F)

Benzo[b]fluoranthène	n° CAS: 205-99-2
Benzo[k]fluoranthène	n° CAS: 207-08-9
Benzo[a]pyrène	n° CAS: 50-32-8
Indéno[1,2,3-cd]pyrène	n° CAS: 193-39-5
Dibenzo[a,h]anthracène	n° CAS: 53-70-3
Benzo[g,h,i]perylène	n° CAS: 191-24-2

6.1.4 Solution étalon de HAP (0,5 µg/ml).

Transférer 9 ml de *n*-hexane (4.1) dans une fiole jaugée de 10 ml (5.6), ajouter 50 µl de solution étalon de HAP (4.2), puis compléter jusqu'au trait d'étalonnage avec du *n*-hexane (4.1).

6.1.5 Solution d'étalonnage de HAP (0,05 µg/ml).

Transférer 1 ml de solution étalon de HAP (6.1.4) et 0,1 ml de solution d'étalon interne (6.1.2) dans une fiole jaugée de 10 ml (5.6), puis compléter au volume avec du *n*-hexane (4.1).

6.2 Préparation de l'échantillon

La chaussure est démontée et les différents types de matériaux sont séparés en 3 catégories: cuir, textile, polymère.

Chaque échantillon d'essai doit être constitué d'un seul type de matériau (cuir, textile ou polymère) soumis à essai séparément.

Chaque type de matériau est découpé en morceaux dont la longueur des côtés ne dépasse pas 3 mm.

6.3 Extraction

Peser ($1 \pm 0,001$) g d'échantillon d'essai (m_s) sur la balance analytique (5.1) dans un bocal pouvant être fermé (5.2), mélanger avec 9,9 ml de *n*-hexane (4.1) et 0,1 ml de solution d'étalon interne (6.1.2) et extraire à 60 °C dans un bain à ultrasons (5.3) pendant 1 h.

Après refroidissement à la température ambiante, filtrer la solution (si nécessaire) au moyen d'un filtre à membrane en PTFE (5.8).

6.4 Détermination

6.4.1 Méthode par CLHP

Déterminer les HAP conformément à l'ISO 17993:2002, 8.5. Un exemple de conditions chromatographiques est donné dans l'ISO 17993:2002, Annexe A.

L'utilisation d'un étalon interne n'est pas obligatoire pour la méthode par CLHP.

6.4.2 Méthode par CG-SM

Déterminer les HAP conformément à l'ISO 28540:2011, Article 10.

Un exemple de conditions chromatographiques est donné dans l'ISO 28540:2011, Annexe A.

7 Quantification

La teneur en substances individuelles est calculée au moyen de l'équation suivante, sous forme de fraction massique, w , en mg/kg:

$$w = \frac{A_{\text{PAH-S}} \cdot c_{\text{PAH-Std}} \cdot V}{A_{\text{PAH-Std}} \cdot m_{\text{S}}} \cdot \frac{A_{\text{int.Std}}}{A_{\text{int.S}}}$$

où

- $A_{\text{PAH-S}}$ est l'aire de pic des composés HAP dans l'échantillon;
- $A_{\text{PAH-Std}}$ est l'aire de pic des composés HAP dans la solution d'étalonnage;
- $c_{\text{PAH-Std}}$ est la concentration des composés HAP dans la solution d'étalonnage ($\mu\text{g/ml}$);
- V est le volume final d'échantillon (ml) ($V = 10$ ml conformément à 6.3);
- m_{S} est la masse de l'échantillon (g);
- $A_{\text{int.Std}}$ est l'aire de pic de l'étalon interne dans la solution d'étalonnage;
- $A_{\text{int.S}}$ est l'aire de pic de l'étalon interne dans l'échantillon.

8 Performance de la méthode

Le laboratoire doit déterminer la limite de quantification pour chaque HAP, en tenant compte de la technique choisie (6.4).

Cette limite de quantification doit être inférieure ou égale à 0,2 mg/kg pour chaque HAP.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir au moins les informations suivantes:

- une référence à la présente méthode d'essai;
- la date de l'essai;
- tous les détails nécessaires à l'identification complète de l'échantillon soumis à essai;
- les différents types de matériaux (6.2) ayant été soumis à essai;
- les conditions de stockage avant l'essai, si ces données sont disponibles;
- la technique choisie en 6.4;
- la quantité déterminée pour chacun des 18 HAP, en mg/kg;
- tout écart par rapport à la présente Norme internationale.