

ISO/TC 38

Secrétariat: SAC

Début de vote:  
**2015-09-10**

Vote clos le:  
**2015-11-10**

---

---

## Textiles — Détermination de certains retardateurs de flamme —

### Partie 2: Retardateurs de flamme phosphorés

*Textiles — Determination of certain flame retardants —  
Part 2: Phosphorus flame retardants*

**ITEH STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)  
Full standard:  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/977d-49a0-832f-34eb3c7d66be/iso-17881-2-2015>

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.

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.

**Veillez consulter les notes administratives en page iii**



Numéro de référence  
ISO/FDIS 17881-2:2015(F)

## TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN

Le présent projet final a été élaboré dans le cadre de l'Organisation internationale de normalisation (ISO) et soumis selon le mode de collaboration **sous la direction de l'ISO**, tel que défini dans l'Accord de Vienne. Le projet final a été établi sur la base des observations reçues lors de l'enquête parallèle sur le projet.

Le projet final est par conséquent soumis aux comités membres de l'ISO et aux comités membres du CEN en parallèle à un vote d'approbation de deux mois au sein de l'ISO et à un vote formel au sein du CEN.

**Les votes positifs ne doivent pas être accompagnés d'observations.**

**Les votes négatifs doivent être accompagnés des arguments techniques pertinents.**

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)  
Full standard:  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/06303a4a-977d-49a0-832f-34eb3c7d66be/iso-17881-2-2016>



### DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2015, Publié en Suisse

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  
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401  
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland  
Tel. +41 22 749 01 11  
Fax +41 22 749 09 47  
copyright@iso.org  
www.iso.org

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>2</b>
5.1    Préparation des solutions étalons.....	2
5.1.1    Solution mère.....	2
5.1.2    Solution de travail.....	2
5.2    Préparation de l'éprouvette.....	2
5.3    Extraction par ultrasons.....	2
5.4    Détermination des retardateurs de flamme.....	2
<b>6</b> <b>Calcul</b> .....	<b>3</b>
<b>7</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>3</b>
<b>Annexe A (informative) Paramètres de l'essai réalisé par CLHP-SM/SM</b> .....	<b>4</b>
<b>Annexe B (informative) Essais comparatifs interlaboratoires</b> .....	<b>6</b>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
 (standards.iteh.ai)  
 Full standard:  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0630/da-977d-49a0-832f-34eb3c7d66be/iso-17881-2-2016>

## 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 (IEC) 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/IEC, 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/IEC, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://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 dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](#).

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

L'ISO 17881 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Textiles — Détermination de certains retardateurs de flamme*:

- *Partie 1: Retardateurs de flamme bromés*
- *Partie 2: Retardateurs de flamme phosphorés*

Les parties ci-après sont en cours d'élaboration:

- *Partie 3: Retardateurs de flamme à base de paraffines chlorées*

# Textiles — Détermination de certains retardateurs de flamme —

## Partie 2: Retardateurs de flamme phosphorés

**AVERTISSEMENT** — La présente Norme internationale nécessite l'utilisation de substances et/ou modes opératoires qui peuvent être préjudiciables à la santé si les précautions appropriées ne sont pas prises. Elle ne traite que de l'aptitude à l'emploi technique et ne dispense pas l'utilisateur de ses obligations légales concernant la santé et la sécurité, à quelque étape que ce soit. Lors de l'élaboration de la présente Norme internationale, il a été pris pour principe que l'exécution des dispositions qu'elle renferme sera confiée à des personnes expérimentées et qualifiées.

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 17881 spécifie une méthode d'essai pour la détermination d'un certain nombre de retardateurs de flamme phosphorés dans les textiles, par chromatographie liquide haute performance – spectrométrie de masse en tandem (CLHP-SM/SM).

Cette méthode s'applique à tous les types de produits textiles.

**NOTE** Pour l'oxyde de tris(1-aziridinyl)phosphine (TEPA), seul le TEPA non lié peut être extrait.

### 2 Principe

Les retardateurs de flamme sont extraits d'une éprouvette de textile au moyen d'un générateur d'ultrasons, avec de l'acétone. Les retardateurs de flamme présents dans l'éprouvette sont identifiés et quantifiés par CLHP-SM/SM.

### 3 Réactifs

Sauf spécification contraire, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue.

**3.1 Phosphate de tris(2,3-dibromopropyle) (TRIS)**, CAS n° 126-72-7.

**3.2 Oxyde de tris(1-aziridinyl) phosphine (TEPA)**, CAS n° 545-55-1.

**3.3 Phosphate de tris(2-chloroéthyle) (TCEP)**, CAS n° 115-96-8.

**3.4 Acétone.**

**3.5 Acéonitrile (ACN).**

**3.6 Solution d'acétate d'ammonium**, 10 mmol/l.

### 4 Appareillage

**4.1 Chromatographe liquide haute performance et spectromètre de masse en tandem (CLHP-SM /SM).**

4.2 **Générateur d'ultrasons**, avec une plage de fréquences allant de 35 kHz à 45 kHz.

4.3 **Évaporateur**, avec bain-marie à 40 °C.

4.4 **Flacon en verre**, de 40 ml avec bouchon étanche.

4.5 **Flacon**, 100 ml.

4.6 **Filtre à membrane**, 0,45 µm.

4.7 **Balance**, ayant une précision de 0,1 mg.

## 5 Mode opératoire

### 5.1 Préparation des solutions étalons

#### 5.1.1 Solution mère

Préparer des solutions mères à 1 000 µg/ml des différents retardateurs de flamme (3.1 à 3.3) dans l'acétonitrile (3.5).

#### 5.1.2 Solution de travail

Préparer une solution de travail de mélange à partir des trois retardateurs de flamme dans l'acétonitrile et diluer à des concentrations appropriées en fonction des besoins de l'essai. Choisir au moins cinq dilutions appropriées pour tracer une courbe d'étalonnage et réaliser une analyse par CLHP-SM/SM.

### 5.2 Préparation de l'éprouvette

Préparer une éprouvette représentative de l'échantillon. La découper en petits morceaux et en peser (1,00 ± 0,01) g à l'aide d'une balance (4.7).

### 5.3 Extraction par ultrasons

Placer les morceaux dans un flacon doté d'un bouchon étanche (4.4) puis ajouter 20 ml d'acétone. Introduire le flacon dans un générateur d'ultrasons (4.2) à 40 °C et l'y laisser 40 min. Filtrer et transvaser l'extrait dans un flacon (4.5) de 100 ml. Ajouter 20 ml d'acétone au résidu contenu dans le flacon et placer ce dernier dans le générateur d'ultrasons pour extraire le résidu pendant 20 min à la température de 40 °C. Filtrer et ajouter l'extrait dans le flacon (4.5).

Évaporer l'extrait ainsi obtenu jusqu'à presque siccité au moyen de l'évaporateur (4.3). Ajouter 2 ml d'acétonitrile pour dissoudre le résidu, puis procéder à la filtration sur membrane (4.6). Le filtrat est prêt pour la détermination des retardateurs de flamme.

### 5.4 Détermination des retardateurs de flamme

Déterminer la teneur en retardateurs de flamme dans la solution (5.3) par CLHP-SM/SM (4.1). Des paramètres d'essai de CLHP-SM/SM sont donnés à titre d'exemple dans l'Annexe A. Analyser un blanc pour vérifier la contamination.

Lorsque la concentration en retardateurs de flamme est très faible, il est nécessaire d'augmenter la masse de l'éprouvette de façon à atteindre au moins trois fois la limite de détection.

Lorsque la concentration en retardateurs de flamme est au-delà de la plage de réponse linéaire du détecteur utilisé, il est nécessaire de diluer la solution d'éprouvette de façon appropriée.

## 6 Calcul

Quantifier la concentration de chaque retardateur de flamme en utilisant la courbe d'étalonnage. La teneur de chaque retardateur de flamme est exprimée par le rapport de masse du retardateur de flamme à l'éprouvette, en µg/g. Calculer le résultat à l'aide de l'Équation (1).

$$X_i = \frac{(C_i - C_0) \times V}{m} \quad (1)$$

où

$X_i$  est la teneur en retardateur de flamme  $i$  dans l'éprouvette de textile, en µg/g;

$C_i$  est la concentration du retardateur de flamme  $i$  dans la solution d'éprouvette, en µg/ml;

$C_0$  est la concentration du retardateur de flamme  $i$  dans la solution de blanc, en µg/ml;

$V$  est le volume final de la solution d'éprouvette, en ml;

$m$  est la masse de l'éprouvette, en g.

## 7 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comprendre les informations suivantes:

- une référence à la présente partie de l'ISO 17881, à savoir l'ISO 17881-2:2015;
- tous les détails nécessaires à l'identification de l'échantillon soumis à l'essai;
- la teneur de chaque retardateur de flamme;
- tout écart par rapport au mode opératoire spécifié.

## Annexe A (informative)

### Paramètres de l'essai réalisé par CLHP-SM/SM

#### A.1 Paramètres instrumentaux

Étant donné que les instruments de laboratoires peuvent varier, aucun paramètre applicable de façon générale ne peut être fourni pour les analyses de chromatographie. Les paramètres suivants ont été jugés satisfaisants.

- a) Éluant 1: solution d'acétate d'ammonium à 10 mmol/l;
- b) Éluant 2: Acétonitrile;
- c) Colonne pour chromatographie: Pursuit XRs C18, 100 mm × 2,0 mm, 5 µm;
- d) Température de la colonne: 30 °C;
- e) Débit: 0,2 ml/min;
- f) Volume d'injection: 5,0 µl;
- g) Gradient:
- | Temps (min) | Éluant 2 (%) |
|-------------|--------------|
| 0           | 10           |
| 3           | 70           |
| 10          | 80           |
| 12          | 95           |
| 17          | 95           |
| 17,1        | 10           |
| 25          | 10           |
- h) Mode de détection: Spectromètre de masse en tandem, quadripôle;  
Mode MRM (Multiple Reaction Monitoring);
- i) Mode d'ionisation: Méthode d'ionisation par électronébuliseur (ESI) et détection d'ions positifs;
- j) Tension appliquée: 5 500 V;
- k) Température de nébulisation: 400 °C;
- l) Gaz de nébulisation: Azote.

#### A.2 Transitions types et limite de détection

Les transitions types et la limite de détection pour les retardateurs de flamme sont indiquées dans le [Tableau A.1](#).



Tableau A.1 — Transitions types et limite de détection

n°	Retardateur de flamme	Ion précurseur (m/z)	Ion produit (m/z)	Limite de détection (µg/g)
1	Phosphate de tris(2,3-dibromopropyle) (TRIS)	698,6	99,1 <sup>a</sup>	1
			299,2	
2	Oxyde de tris(1-aziridiny) phosphine (TEPA)	174,0	131,0 <sup>a</sup>	1
			90,0	
3	Phosphate de tris(2-chloroéthyle) (TCEP)	284,9	99,0	1
			63,0 <sup>a</sup>	

<sup>a</sup> Transition quantifiante.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)

Full standard:  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/06303a4a-977d-49a0-832f-34eb3c7d66be/iso-17881-2-2016>