NORME INTERNATIONALE

ISO 20536

Première édition
2017-09

Chaussures — Substances critiques potentiellement présentes dans les chaussures et les composants de chaussure — Détermination du phénol dans les matériaux de chaussure

Footwear — Critical substances potentially present in footwear and footwear components — Determination of phenol in footwear materials

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 20536:2017
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9abd3e62-fdf5-4543-af25-ae499579788c/iso-20536-2017

Numéro de référence
ISO 20536:2017(F)

© ISO 2017

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 20536:2017
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9abd3e62-fdf5-4543-af25-ae499579788c/iso-20536-2017

DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2017, 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**

1 Domaine d'application ... **1**

2 Références normatives ... **1**

3 Termes et définitions ... **1**

4 Principe ... **1**

5 Réactifs et matériaux ... **2**
5.1 Produits chimiques ... 2
5.2 Solutions mères ... 2

6 Appareillage ... **3**

7 Échantillonnage ... **3**

8 Méthode d'essai ... **3**
8.1 Extraction ... 3
8.2 Analyse ... 4
8.3 Étalonnage ... 4

9 Détermination par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS) ... **4**
9.1 Méthode de mesure ... 4
9.2 Quantification ... 5
9.2.1 Courbe d'étalonnage ... 5
9.2.2 Taux de récupération ... 5
9.2.3 Détermination de la teneur en phénol ... 6
9.3 Performances de la méthode d'essai ... 6
9.3.1 Limite de quantification de la méthode par GC-MS ... 6
9.3.2 Essais interlaboratoires ... 6

10 Rapport d'essai ... **6**

Annexe A (informative) **Exemple de méthode instrumentale** ... **7**

Annexe B (informative) **Résultats des essais interlaboratoires** ... **9**

Bibliographie ... **10**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 20536:2017
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9a0d3e62-4df5-4545-af25-ac49957978 8c/iso-20536-2017

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 http://www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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).

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Pour une explication de la nature volontaire des normes, 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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/avant-propos.

ISO 20536:2017
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9abd3eb2-fdf5-4543-af25-ae4995379788c/iso-20536-2017

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 216, *Chaussure*.

 © ISO 2017 – Tous droits réservés

Chaussures — Substances critiques potentiellement présentes dans les chaussures et les composants de chaussure — Détermination du phénol dans les matériaux de chaussure

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur du présent document possède une expérience professionnelle acquise auprès de laboratoires reconnus. Le présent document ne mentionne pas tous les problèmes de sécurité potentiels. Il incombe aux utilisateurs d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination de la quantité de phénol présente dans les chaussures et les composants de chaussure. Il s'applique à toutes les parties de la chaussure, à l'exception des parties métalliques.

NOTE L'ISO/TR 16178:2012, Tableau 1, indique les matériaux concernés par la présente méthode de détermination.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 20536:2017
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9abd3e62-fd15-4543-af25-ae499579788c/iso-20536-2017

ISO 4787, *Verrerie de laboratoire — Instruments volumétriques — Méthodes de vérification de la capacité et d'utilisation*

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

— IEC Electropedia: disponible à l'adresse http://www.electropedia.org/

— ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse http://www.iso.org/obp

4 Principe

L'échantillon est découpé en petits morceaux et l'extraction est réalisée en plaçant ceux-ci pendant 1 h dans un mélange de toluène/acétone (pourcentages en volume respectifs: 80/20) à 60 °C, à l'intérieur d'un flacon fermé, dans un bain à ultrasons.

L'extrait obtenu est analysé par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS).

Cette méthode recourt à un extrait de substitution (phénol-d6), ajouté juste avant l'étape d'extraction et quantifié de façon similaire à un composé cible. Il est nécessaire de contrôler le rendement d'extraction et de calculer le taux de récupération.

© ISO 2017 – Tous droits réservés

L'anthracène-d10 est utilisé en tant qu'étalon interne et ajouté dans le flacon (échantillon et étalonnage) juste avant l'analyse chromatographique. Il est également utilisé pour tracer la courbe d'étalonnage.

5 Réactifs et matériaux

5.1 Produits chimiques

Les substances mentionnées dans le présent document doivent présenter une pureté définie:

— supérieure à 95 % pour le produit pur utilisé en tant qu'étalon;

— de qualité analytique pour les solvants.

5.1.1 Phénol, numéro CAS: 108-95-2 (composé cible)

5.1.2 Phénol-d6, numéro CAS: 13127-88-3 (extrait de substitution)

5.1.3 Anthracène-d10, numéro CAS: 1719-06-8 (étalon interne)

5.1.4 Toluène, numéro CAS: 108-88-3 (solvant)

5.1.5 Acétone, numéro CAS: 67-64-1 (solvant)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.1.6 Mélange de toluène/acétone (pourcentages en volume respectifs: 80/20) (mélange d'extraction)

La composition du mélange est basée sur le volume. Par exemple, pour obtenir 100 ml de mélange, mélanger 80 ml de toluène et 20 ml d'acétone.

ISO 20536:2017
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9abd3e62-fdf5-4543-af25-ae499579788c/iso-20536-2017

5.1.7 Méthanol, numéro CAS: 67-56-1 (solvant)

5.2 Solutions mères

5.2.1 Étalon interne – anthracène-d10 – solution mère (1 000 mg/l)

Peser 10 mg d'anthracène-d10 dans une fiole jaugée de 10 ml et compléter au volume avec de l'acétone. Transférer le contenu dans un flacon en verre ambré de 10 ml muni d'un bouchon en polytétrafluoroéthylène (PTFE) et conserver à 4 °C.

5.2.2 Étalon interne – anthracène-d10 – solution de travail (10 mg/l)

Préparer une dilution au centième de la solution mère (5.2.1). Par exemple, transférer 100 µl de la solution mère dans une fiole jaugée de 10 ml et compléter au volume avec de l'acétone.

5.2.3 Extrait de substitution – phénol-d6 – solution mère (1 000 mg/l)

Peser 10 mg de phénol-d6 dans une fiole jaugée de 10 ml et compléter au volume avec de l'acétone. Transférer le contenu dans un flacon en verre ambré de 10 ml muni d'un bouchon en PTFE et conserver à 4 °C.

5.2.4 Extrait de substitution – phénol-d6 – solution de travail (10 mg/l)

Préparer une dilution au centième de la solution mère (5.2.3). Par exemple, transférer 100 µl de la solution mère dans une fiole jaugée de 10 ml et compléter au volume avec de l'acétone.

 © ISO 2017 – Tous droits réservés

5.2.5 Composé cible – phénol – solution mère (1 000 mg/l)

Peser 10 mg de phénol dans une fiole jaugée de 10 ml et compléter au volume avec de l'acétone. Transférer le contenu dans un flacon en verre ambré de 10 ml muni d'un bouchon en PTFE et conserver à 4 °C.

5.2.6 Phénol + phénol-d6 – solution d'étalonnage intermédiaire (10 mg/l)

Transférer 100 µl de la solution mère d'extrait de substitution (5.2.3) et de composé cible (5.2.5) dans une fiole jaugée de 10 ml et compléter au volume avec le mélange de toluène/acétone (80/20).

5.2.7 Phénol + phénol-d6 – solution d'étalonnage de travail (1 mg/l)

Transférer 1 000 µl de la solution d'étalonnage intermédiaire (5.2.6) dans une fiole jaugée de 10 ml et compléter au volume avec le mélange de toluène/acétone (80/20).

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et matériel suivant. Utiliser de la verrerie de laboratoire conforme à l'ISO 4787.

6.1 Balance analytique, d'une précision d'au moins 0,1 mg.

6.2 Flacon en verre, de 40 ml, pouvant être fermé hermétiquement.

iTeh STANDARD PREVIEW

6.3 Bain à ultrasons, à température réglable.

(standards.iteh.ai)

6.4 Membrane filtrante en PTFE, avec une taille de pore de 0,45 µm.

ISO 20536:2017
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9abd3e62-fdf5-4543-af25-ac499579788c/iso-20536-2017

6.5 Flacons d'échantillonnage de 2 ml, avec bouchon en PTFE.

6.6 Flacons d'échantillonnage de 20 ml, avec bouchon en PTFE.

6.7 Chromatographe en phase gazeuse avec détecteur sélectif de masse (DSM). D'autres techniques chromatographiques peuvent être employées, à condition d'avoir été validées pour l'analyse.

7 Échantillonnage

La tige et l'ensemble doublure-première de propreté de la chaussure doivent être soumis à essai.

L'éprouvette est constituée d'un unique matériau (cuir, textile ou polymère). Les échantillons homogènes de cuir, textile ou polymère sont découpés en morceaux de 5 mm de côté maximum.

Il convient de ne pas soumettre l'échantillon à un broyage, car cela causerait une perte de phénol volatile.

8 Méthode d'essai

8.1 Extraction

Peser 1 g d'échantillon dans un flacon en verre de 20 ml (6.6). Ajouter ensuite 9,8 ml de mélange d'extraction (5.1.6) et 200 µl de la solution de travail d'extrait de substitution (5.2.4).

© ISO 2017 – Tous droits réservés

L'extraction est réalisée dans un dispositif à ultrasons réglé à (60 ± 5) °C, pendant (60 ± 2) min.

NOTE Il a été démontré que l'acétone est un solvant d'extraction efficace. Cependant, sa polarité élevée (par rapport au mélange d'extraction) peut entraîner la co-extraction d'une grande quantité de composés (tels que les teintures ou d'autres composés polaires, comme les glycols) susceptibles de perturber l'analyse.

Certains matériaux polymères peuvent se dissoudre dans le mélange d'extraction et poser des problèmes durant la quantification. Dans ce cas, il peut s'avérer nécessaire de procéder à une précipitation au méthanol. Précipiter la solution obtenue en ajoutant 20 ml de méthanol (5.1.7) et laisser le précipité reposer au moins 5 min. Filtrer, si nécessaire, à l'aide d'un filtre en PTFE d'une taille de pore de 0,45 µm.

8.2 Analyse

Prélever une aliquote d'exactement 1 ml de l'extrait et ajouter 50 µl de la solution de travail d'étalon interne (5.2.2).

Procéder à l'analyse par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (6.7) conformément à l'Article 9.

8.3 Étalonnage

Pour des raisons pratiques, l'étalonnage est réalisé à partir d'une solution contenant le composé cible et l'extrait de substitution.

À l'intérieur du domaine linéaire, utiliser au moins cinq mesurages à des concentrations différentes. L'étalonnage est réalisé directement dans des flacons d'échantillonnage de 2 ml, voir Tableau 1.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Tableau 1 — Solutions d'étalonnage

ISO 20536:2017
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9abd3e62-fdf5-4543-af25-ae499579788c/iso-20536-2017

Étalon	L1	L2	L3	L4	L5
Volume de solution d'étalonnage de travail (µl) (5.2.7)	50	100	250	500	1 000
Volume de mélange d'extraction (µl) (5.1.6)	950	900	750	500	0
Concentration en phénol et phénol-d6 (µg/l)	**50**	**100**	**250**	**500**	**1 000**
Volume de solution de travail d'étalon interne (µl) (5.2.2)	50				
Concentration en étalon interne (µg/l)	500				

9 Détermination par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS)

9.1 Méthode de mesure

Il est admis d'employer des méthodes d'analyse validées différentes de celle décrite à l'Annexe A, à condition qu'elles offrent une fidélité et une limite de quantification (9.3.1) comparables.

Les ions indiqués dans le Tableau 2 doivent être utilisés.

Des exemples figurent à l'Annexe A.

 © ISO 2017 – Tous droits réservés

Tableau 2 — Ions suivis

Composés	Ions
Phénol	94
	66
Phénol-d6	99
	71
Anthracène-d10	188

9.2 Quantification

9.2.1 Courbe d'étalonnage

Établir la fonction de régression linéaire en utilisant les rapports (A_e/A_{is}) et (C_e/C_{is}), à l'aide de la Formule (1):

$$\frac{A_e}{A_{is}} = a \times \left(\frac{C_e}{C_{is}} \right) + b \tag{1}$$

où

A_e est l'aire correspondant au phénol cible, à partir des ions suivis;

A_{is} est l'aire correspondant au pic d'anthracène-d10, à partir des ions suivis;

C_e est la concentration en phénol de l'étalon, en µg/l;

C_{is} est la concentration en anthracène-d10 de l'étalon, en µg/l;

a est la pente de la fonction linéaire;

b est l'ordonnée à l'origine de la courbe d'étalonnage. Les unités dépendent de l'évaluation.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 20536:2017
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9abd3e62-fdf5-4543-af25-
4d1ec2f7288c/iso-20536-2017

Le même calcul doit être effectué pour le phénol-d6.

9.2.2 Taux de récupération

L'utilisation d'un extrait de substitution permet de calculer le rendement d'extraction en utilisant la Formule (2):

$$R(\%) = \frac{C_{\text{calculated}}}{C_{\text{theoretical}}} \times 100 \tag{2}$$

où

$C_{\text{calculated}}$ est la concentration en phénol-d6 obtenue par analyse de l'échantillon après l'extraction;

$C_{\text{theoretical}}$ est la concentration initiale en phénol-d6, introduite avant l'extraction (200 µl d'une solution à 10 mg/l dans 10 ml de mélange d'extraction; dans ce cas, $C_{\text{theoretical}}$ est de 200 µg/l).

Si le rendement d'extraction se situe au-dessous de 75 % ou au-dessus de 125 %, l'échantillon doit être analysé une nouvelle fois.

© ISO 2017 – Tous droits réservés