
**Textiles — Méthode de détection et
de détermination des alkylphénols
éthoxylés (APEO) —**

**Partie 2:
Méthode utilisant la CLPN**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Textiles — Method for the detection and determination of alkylphenol
ethoxylates (APEO) —
Part 2: Method using NPLC*
(standards.iteh.ai)

[ISO 18254-2:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab165c61-9c30-480f-92a4-d99fd97345f5/iso-18254-2-2018)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab165c61-9c30-480f-92a4-
d99fd97345f5/iso-18254-2-2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab165c61-9c30-480f-92a4-d99fd97345f5/iso-18254-2-2018)



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 18254-2:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab165c61-9c30-480f-92a4-d99fd97345f5/iso-18254-2-2018>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +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 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactifs	1
6 Appareillage	2
7 Mode opératoire	3
7.1 Préparation des étalons.....	3
7.2 Phase mobile pour CLHP.....	3
7.2.1 Méthanol avec acide formique à 0,1 % et formiate d'ammonium à 0,01 %.....	3
7.2.2 Acétonitrile avec acide formique à 0,1 %.....	3
7.3 Préparation de l'échantillon.....	3
7.4 Extraction de l'échantillon.....	3
7.5 Analyse de l'échantillon.....	4
8 Calculs et étalonnage	4
8.1 Calcul du pourcentage de contribution de chaque congénère APEO dans la solution étalon.....	4
8.2 Calcul de la concentration de chaque congénère APEO dans la solution étalon.....	4
8.3 Calcul de la concentration de chaque congénère APEO dans l'échantillon.....	5
8.4 Calcul de la concentration totale de tous les congénères APEO dans l'échantillon.....	5
8.5 Courbe d'étalonnage.....	5
9 Rapport d'essai	5
Annexe A (informative) Exemples de conditions chromatographiques	7
Annexe B (informative) Exemples de modes opératoires d'extraction en phase solide (SPE) pour la purification	15
Annexe C (informative) Résultats de l'essai interlaboratoires	16
Annexe D (informative) Étude du pourcentage de contribution (fraction molaire) des congénères APEO	17
Bibliographie	19

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).

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.

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/iso/fr/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 38, *Textiles*.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 18254 se trouve sur le site web de l'ISO.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

Le présent document spécifie la méthode de séparation par chromatographie liquide en phase normale (CLPN) pour l'analyse quantitative et qualitative des alkylphénols éthoxylés (APEO) extractibles dans les produits textiles et les produits connexes. La méthode de séparation CLPN permet l'analyse des alkylphénols éthoxylés par chromatographie liquide à haute performance (CLHP) couplée à un spectromètre de masse (SM), à un détecteur de fluorescence (FLD), à un détecteur d'aérosols chargés (CAD) et à un détecteur évaporatif à diffusion de lumière (DEDL).

Une étude du pourcentage de contribution (fraction molaire) des congénères APEO est présentée à l'[Annexe D](#).

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 18254-2:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab165c61-9c30-480f-92a4-d99fd97345f5/iso-18254-2-2018>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 18254-2:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab165c61-9c30-480f-92a4-d99fd97345f5/iso-18254-2-2018>

Textiles — Méthode de détection et de détermination des alkylphénols éthoxylés (APEO) —

Partie 2: Méthode utilisant la CLPN

AVERTISSEMENT — Le présent document nécessite l'utilisation de substances/modes opératoires qui peuvent être préjudiciables à la santé et/ou à l'environnement en cas de non-respect des conditions appropriées. Il 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, de sécurité et d'environnement.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie la méthode de séparation par chromatographie liquide en phase normale (CLPN) pour l'analyse qualitative et quantitative des alkylphénols éthoxylés (APEO) extractibles dans les produits textiles et les produits connexes.

Cette méthode propose plusieurs options d'instruments pour la détermination des alkylphénols éthoxylés (APEO), notamment la chromatographie liquide en phase normale couplée à un spectromètre de masse (CLPN-MS), la chromatographie liquide en phase normale couplée à un détecteur de fluorescence (CLPN-FLD), la chromatographie liquide en phase normale couplée à un détecteur d'aérosols chargés (CLPN-CAD) et la chromatographie liquide en phase normale couplée à un détecteur évaporatif à diffusion de lumière (CLPN-DEDL).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab165c61-9c30-480f-92a4-d99fd97345f5/iso-18254-2-2018>

2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

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:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>;
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>.

4 Principe

L'éprouvette est coupée en petits morceaux, placée dans un flacon pour échantillon puis traitée avec du méthanol dans un bain-marie à ultrasons. L'extrait est filtré, collecté, puis analysé par CLPN-SM, CLPN-FLD, CLPN-CAD ou CLPN-DEDL.

5 Réactifs

Sauf indication contraire, des produits chimiques de qualité analytique doivent être utilisés.

5.1 Octylphénols éthoxylés (Triton®¹ X-100), (OPEO) n° CAS 9002-93-1, référence Sigma Aldrich® T9284 (voir NOTE en 5.2).

5.2 Nonylphénols éthoxylés (IGEPAL®² CO-630), (NPEO) n° CAS 68412-54-4, référence Sigma Aldrich® 542334.

NOTE Les noms de marque mentionnés en 5.1 et 5.2 sont donnés afin d'optimiser la comparabilité des résultats d'essai entre laboratoires. L'utilisation d'un autre lot ou d'un autre fournisseur peut mener à des résultats différents.

5.3 Méthanol (de qualité CLHP).

5.4 Acétonitrile (de qualité CLHP).

5.5 Acétone (de qualité CLHP).

5.6 Formiate d'ammonium (de qualité CLHP).

5.7 Acide formique (de qualité CLHP).

6 Appareillage

6.1 Généralités

Nettoyer l'ensemble de la verrerie en la rinçant à l'acétone (5.5) avant toute utilisation. Éviter l'emploi de détergents lors du lavage du matériel de laboratoire.

6.2 Appareillage et équipement auxiliaire pour la préparation de l'échantillon

6.2.1 Matériel de laboratoire courant.

6.2.2 Balance analytique d'une résolution de 0,01 g (pour la préparation des éprouvettes).

6.2.3 Balance analytique d'une résolution de 0,001 g (pour la préparation des étalons).

6.2.4 Flacon en verre avec bouchon à vis d'une capacité de 40 ml (pour le prétraitement des échantillons).

6.2.5 Bain-marie à ultrasons (maintenu à (70 ± 5) °C).

6.2.6 Seringue jetable et filtre à membrane (avec un diamètre de pore de 0,45 µm ou moins).

6.2.7 Flacon en verre (avec bouchon à septum pour CLHP).

6.2.8 Cartouche d'extraction en phase solide (SPE) pour la purification (facultatif).

La cartouche contient au minimum 200 mg d'adsorbant (phase inverse ou silice).

1) Triton® est un exemple de produit convenable disponible dans le commerce. Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs du présent document et ne saurait constituer un engagement de l'ISO à l'égard de ce produit.

2) IGEPAL® est un exemple de produit convenable disponible dans le commerce. Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs du présent document et ne saurait constituer un engagement de l'ISO à l'égard de ce produit.

6.2.9 Cuve d'extraction en phase solide (SPE) (facultatif).

6.3 Équipement de chromatographie

6.3.1 Chromatographe liquide à haute performance couplé à un spectromètre de masse (CL-SM),
ou

6.3.2 Chromatographe liquide à haute performance couplé à un détecteur de fluorescence (CL-FLD), ou

6.3.3 Chromatographe liquide à haute performance couplé à un détecteur d'aérosols chargés (CL-CAD), ou

6.3.4 Chromatographe liquide à haute performance couplé à un détecteur évaporatif à diffusion de lumière (CL-DEDL).

6.3.4.1 Colonne courte C18 pour la séparation des OPEO et des NPEO.

Un équivalent, de dimensions 4,6 mm × 50 mm et de granulométrie 1,7 µm, est disponible.

6.3.4.2 Colonne en phase normale pour la séparation de chaque congénère APEO en fonction du groupe d'éthoxylés.

Un équivalent, à savoir une colonne d'adsorption par liaisons hydrogènes, de dimensions 4,6 mm × 150 mm et de granulométrie 3 µm, est disponible.

7 Mode opératoire

ISO 18254-2:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab165c61-9c30-480f-92a4-d99fd97345f5/iso-18254-2-2018>

7.1 Préparation des étalons

Peser les OPEO et NPEO avec précision sur la balance analytique (6.2.3) et les dissoudre dans du méthanol (5.3) pour obtenir une solution mère à 1 000 mg/l. Il est conseillé de conserver la solution à l'abri de la lumière et à une température inférieure à 4 °C.

7.2 Phase mobile pour CLHP

7.2.1 Méthanol avec acide formique à 0,1 % et formiate d'ammonium à 0,01 %

Dissoudre 0,1 g de formiate d'ammonium (5.6) dans xxx ml de méthanol (5.3), puis ajouter 1 ml d'acide formique (5.7).

7.2.2 Acétonitrile avec acide formique à 0,1 %

Ajouter 1 ml d'acide formique (5.7) dans 1 000 ml d'acétonitrile (5.4).

7.3 Préparation de l'échantillon

Couper l'éprouvette en morceaux de 5 mm × 5 mm et les mélanger de manière homogène. À l'aide de la balance analytique (6.2.2), peser pour obtenir un échantillon de 1 g, à 0,01 g près, et le placer dans le flacon en verre de 40 ml (6.2.4) pour extraction.

7.4 Extraction de l'échantillon

Ajouter 20 ml de méthanol (5.3) dans le flacon pour échantillon (voir 7.3) puis procéder à l'extraction par ultrasons en plaçant le flacon dans un bain-marie à ultrasons (6.2.5) à 70 °C pendant 60 min. Puis

laisser l'extrait refroidir à la température ambiante. Filtrer approximativement 1 ml à 2 ml de l'extrait dans le flacon pour CLHP (6.2.7) au moyen d'une seringue jetable dotée d'un filtre à membrane (6.2.6). Fermer immédiatement le flacon pour CLHP au moyen du bouchon pour analyse ultérieure.

7.5 Analyse de l'échantillon

Effectuer l'analyse qualitative et quantitative des APEO par CL-SM, CL-FLD, CL-CAD ou CL-DEDL.

Des congénères avec 2 à 16 groupes éthoxylés doivent être utilisés pour la quantification.

Si le résultat montre des interférences liées à la matrice, une étape supplémentaire de purification peut être appliquée par le biais d'une cartouche SPE. Des exemples de modes opératoires SPE sont indiqués à l'Annexe C.

Des lignes directrices pour les conditions chromatographiques appropriées et des exemples de chromatogrammes sont donnés à l'Annexe A et à l'Annexe B.

8 Calculs et étalonnage

8.1 Calcul du pourcentage de contribution de chaque congénère APEO dans la solution étalon

Il est nécessaire de confirmer le rapport de composition des congénères APEO (de APEO 2 à APEO 16) puisque la composition des congénères dans un mélange étalon peut varier en fonction du lot ou de la marque de l'étalon. Utiliser des réactifs APEO (5.1 et 5.2) pour calculer la composition de chaque congénère dans un mélange étalon. Obtenir un chromatogramme de chaque pic et identifier tous les congénères conformément à l'Annexe A. Calculer le pourcentage de contribution, R_i , de chaque congénère conformément à la Formule (1).

$$R_i = \frac{A_{is}}{A_t} \times 100 \quad \text{ISO 18254-2:2018} \quad \text{https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab165c61-9c30-480f-92a4-d99fd97345f5/iso-18254-2-2018} \quad (1)$$

où

R_i est le pourcentage de contribution de chaque congénère APEO dans la solution étalon, en %;

A_{is} est la réponse de chaque congénère APEO dans la solution étalon;

A_t est la somme totale de toutes les réponses APEO (de APEO 2 à APEO 16) dans la solution étalon.

8.2 Calcul de la concentration de chaque congénère APEO dans la solution étalon

$$C_{is} = \frac{R_i}{100} \times C_s \quad (2)$$

où

C_{is} est la concentration de chaque congénère APEO dans la solution étalon, en mg/l;

R_i est le pourcentage de concentration de chaque congénère APEO dans la solution étalon, calculé conformément à la Formule (1);

C_s est la concentration en APEO de la solution étalon, en mg/l.

8.3 Calcul de la concentration de chaque congénère APEO dans l'échantillon

$$X_i = \frac{A_i \times C_{is} \times V \times DF}{A_{is} \times M} \quad (3)$$

où

- X_i est la concentration de chaque congénère APEO dans l'échantillon, en mg/kg;
- C_{is} est la concentration de chaque congénère APEO dans la solution étalon, calculée conformément à la [Formule \(2\)](#), en mg/l;
- A_i est la réponse de chaque congénère APEO dans la solution d'extraction d'échantillon;
- A_{is} est la réponse de chaque congénère APEO dans la solution étalon;
- V est le volume final de la solution d'extraction, en ml;
- M est la masse de l'éprouvette, en g;
- DF est le facteur de dilution.

8.4 Calcul de la concentration totale de tous les congénères APEO dans l'échantillon

Calculer la concentration totale, X_t , de tous les congénères APEO à l'aide de la [Formule \(4\)](#):

$$X_t = \sum X_i \quad (4)$$

où

- X_t est la somme totale de la concentration de chaque congénère APEO dans l'échantillon, en mg/kg;
- X_i est la concentration de chaque congénère APEO dans l'échantillon, calculée conformément à la [Formule \(3\)](#), en mg/kg.

8.5 Courbe d'étalonnage

Préparer une courbe d'étalonnage intégrant la plage de concentration de chaque congénère APEO (de APEO 2 à APEO 16) à déterminer. Les courbes d'étalonnage sont préparées avec trois points d'étalonnage au minimum.

NOTE La plage de concentration de la courbe d'étalonnage peut être modifiée selon les besoins de chaque laboratoire et de l'équipement utilisé.

Pour la quantification, la courbe d'étalonnage doit avoir un coefficient de corrélation supérieur à 0,995 ($R^2 > 0,990$).

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comprendre les informations suivantes:

- une référence au présent document, c'est-à-dire ISO 18254-2:2019;
- l'identification de l'échantillon et la date de l'analyse;
- la méthode de détection et la méthode de quantification, ainsi que le nom de tous les étalons utilisés (NPEO et OPEO);