
**Textiles — Méthode de détermination
de la teneur en alkylphénols (AP)**

Textiles — Method for determination of alkylphenols (AP)

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

[ISO 21084:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e8e2b94d-74d9-4dcc-a384-43476d911d48/iso-21084-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e8e2b94d-74d9-4dcc-a384-43476d911d48/iso-21084-2019>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 21084:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e8e2b94d-74d9-4dcc-a384-43476d911d48/iso-21084-2019>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

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
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactifs	1
6 Appareillage	2
6.1 Généralités.....	2
6.2 Appareillage et équipement auxiliaire pour la préparation de l'échantillon.....	2
6.3 Équipement de chromatographie.....	2
7 Mode opératoire	2
7.1 Préparation des étalons.....	2
7.2 Préparation de l'échantillon.....	3
7.3 Extraction de l'échantillon.....	3
7.4 Analyse de l'échantillon.....	3
8 Calculs et étalonnage	3
8.1 Courbe d'étalonnage.....	3
8.2 Étalonnage externe.....	4
8.3 Calcul de la concentration en AP dans l'échantillon.....	4
8.4 Fiabilité de la méthode.....	4
9 Rapport d'essai	4
Annexe A (informative) Exemples de conditions chromatographiques — CG-SM/SM	5
Annexe B (informative) Exemples de conditions chromatographiques — CL-SM/SM et CL-FLD	8
Annexe C (informative) Fiabilité de la méthode	10

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.

(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/iso/fr/avant-propos.

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

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.

Textiles — Méthode de détermination de la teneur en alkylphénols (AP)

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 détermination de la teneur en alkylphénols (AP) extractibles sans étape de dérivation, dans les produits textiles et les produits connexes.

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 chromatographie en phase gazeuse couplée à un détecteur sélectif de masse (GC-SM), chromatographie liquide couplée à un détecteur sélectif de masse (CL-SM) ou chromatographie liquide couplée à un détecteur de fluorescence (CL-FLD).

5 Réactifs

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

5.1 4-n-octylphénol, n° CAS 1806-26-4.

5.2 4-tert-octylphénol, n° CAS 140-66-9.

5.3 4-n-nonylphénol, n° CAS 104-40-5.

5.4 4-nonylphénol, n° CAS 84852-15-3.

5.5 Méthanol (de qualité CLHP).

5.6 Acétone.

5.7 Acétonitrile (de qualité CLHP).

5.8 Eau (de qualité CLHP).

6 Appareillage

6.1 Généralités

Nettoyer l'ensemble de la verrerie en la rinçant à l'acétone (5.6) avant toute utilisation.

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

6.2.1 Matériel courant de laboratoire, et ce qui suit.

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 (par exemple d'une capacité de 40 ml).

6.2.5 Bain-marie à ultrasons [maintenu à $(70 \pm 5) ^\circ\text{C}$].

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 instrument de chromatographie).

6.3 Équipement de chromatographie

6.3.1 Chromatographe en phase gazeuse couplé à un détecteur sélectif de masse (CG-SM), ou

6.3.2 Chromatographe liquide couplé à un détecteur sélectif de mass (CL-SM), ou

6.3.3 Chromatographe liquide couplé à un détecteur de fluorescence (CL-FLD).

6.3.4 Colonne capillaire pour chromatographe en phase gazeuse, phase (5 %-phényl)-méthylpolysiloxane, apolaire, greffée et réticulée, faible relargage.

6.3.5 Colonne C18 en phase inverse pour chromatographe liquide.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation des étalons

Peser les octylphénols et les nonylphénols avec précision sur la balance analytique (6.2.3) et les dissoudre dans du méthanol (5.5) 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 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.

7.3 Extraction de l'échantillon

Ajouter 10 ml de méthanol (5.5) dans le flacon en verre (6.2.4) pour extraction. Si l'échantillon n'est pas suffisamment immergé dans le solvant d'extraction, augmenter la quantité de méthanol et consigner le volume final pour le calcul de la concentration de chaque AP, tel que décrit en 8.3. 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 chromatographie (6.2.7) au moyen d'une seringue jetable dotée d'un filtre à membrane (6.2.6). Fermer immédiatement le flacon au moyen du bouchon pour analyse ultérieure.

Les échantillons sont généralement examinés sans étape de concentration. Toutefois, comme les équipements des laboratoires peuvent varier, le mode opératoire permettant de concentrer l'extrait s'applique pour les niveaux inférieurs de détection.

7.4 Analyse de l'échantillon

Effectuer l'analyse qualitative et quantitative des alkylphénols par CG-SM, CL-SM ou CL-FLD.

Des lignes directrices sur les conditions chromatographiques appropriées sont indiquées à l'Annexe A pour la CG-SM/SM et à l'Annexe B pour la CL-SM/SM et la CL-FLD.

Les résultats positifs obtenus par la méthode CG-SM doivent être confirmés par des techniques CL.

NOTE L'obtention de résultats faux-positifs par la méthode CG-SM peut être due à la décomposition de tris(nonylphényl)phosphites (TNPP) provoquée par une température d'injection élevée.

8 Calculs et étalonnage

8.1 Courbe d'étalonnage

Préparer une courbe d'étalonnage de la réponse en fonction de la concentration étalon connue. La concentration des AP (alkylphénols, octylphénols et nonylphénols) en mg/l (C_s) est déterminée à partir de la courbe d'étalonnage.

NOTE Les plages de concentration des étalons peuvent être modifiées 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 ($R^2 > 0,990$).

8.2 Étalonnage externe

La concentration de chaque AP dans la solution d'extraction d'échantillon est calculée en mg/l conformément à la [Formule \(1\)](#):

$$C_S = \frac{A_S}{A_C} \times C_C \quad (1)$$

où

C_S est la concentration de chaque AP dans la solution d'extraction d'échantillon, en mg/l;

C_C est la concentration de chaque AP dans la solution d'étalonnage, en mg/l;

A_S est la surface du pic de chaque AP dans la solution d'extraction d'échantillon;

A_C est la surface du pic de chaque AP dans la solution d'étalonnage.

8.3 Calcul de la concentration en AP dans l'échantillon

La concentration en AP est calculée en fraction massique, X_i , en mg/kg d'éprouvette, conformément à la [Formule \(2\)](#):

$$X_i = \frac{C_S \times V \times DF}{M} \quad (2)$$

où

X_i est la concentration de chaque AP dans l'échantillon, en mg/kg;

C_S est la concentration de chaque AP, calculée conformément à la [Formule \(1\)](#), en mg/l;

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 Fiabilité de la méthode

La fiabilité de la méthode est indiquée à l'[Annexe C](#).

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comprendre les informations suivantes:

- une référence au présent document, c'est-à-dire ISO 21084:2019;
- l'identification de l'échantillon et la date de l'analyse;
- la méthode de détection et la méthode de quantification;
- le résultat de chaque AP (les nonylphénols et les octylphénols font l'objet d'une consignation distincte);
- les détails relatifs à tout écart par rapport au mode opératoire spécifié et toutes les circonstances pouvant avoir influé sur les résultats.

Annexe A (informative)

Exemples de conditions chromatographiques — CG-SM/SM

A.1 Remarques préliminaires

Étant donné que les équipements des laboratoires peuvent varier, aucune instruction applicable de façon générale ne peut être fournie pour les analyses chromatographiques. Les paramètres indiqués ci-après ont été soumis à essai et utilisés avec succès.

A.2 Conditions de chromatographie en phase gazeuse

A.2.1 Condition CG-SM/SM

Colonne capillaire: HP-5MS, longueur 35 m, diamètre interne 0,25 mm, épaisseur de film 0,25 µm

Mode d'injection: sans division

Température de l'injecteur: 250 °C

Volume d'injection: 1 µl

Gaz vecteur: hélium (débit: 1,0 ml/min)

Gaz de collision: azote (débit: 1,5 ml/min)

Température du four: 80 °C (0 min), de 80 °C à 230 °C (7 °C/min), 230 °C (2 min)

Détection: spectromètre de masse en tandem (SM/SM)

Mode d'acquisition: mode MRM, voir [Tableau A.1](#) pour les conditions MRM.

Tableau A.1 — Conditions MRM en CG-SM/SM

Composés	m/z [Q1]	m/z [Q3]	Énergie de collision (eV)
4-tert-octylphénol	135	107	10
	135	77	30
4-n-octylphénol	107	77	20
	107	51	40
4-n-nonylphénol	107	77	20
	107	51	40
4-nonylphénol	107	77	20
	121	77	20
	135	77	30
	149	107	10
	163	107	20
	191	107	20

Voir exemples à la [Figure A.1](#) et à la [Figure A.2](#).