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

**Partie 1:
Méthode utilisant la CLHP-SM**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Textiles — Method for the detection and determination of alkylphenol
ethoxylates (APEO) —
Part 1: Method using HPLC-MS*
(standards.iteh.ai)

[ISO 18254-1:2016](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/334ec79e-9088-4eac-8655-f7acdcc6b276/iso-18254-1-2016)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/334ec79e-9088-4eac-8655-
f7acdcc6b276/iso-18254-1-2016](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/334ec79e-9088-4eac-8655-f7acdcc6b276/iso-18254-1-2016)



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 18254-1:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/334ec79e-9088-4eac-8655-f7acdcc6b276/iso-18254-1-2016>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2016, 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
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Principe	1
3 Réactifs	1
4 Appareillage	2
4.1 Appareillage et équipement auxiliaire pour la préparation de l'échantillon.....	2
4.2 Équipement de chromatographie.....	2
5 Mode opératoire	3
5.1 Préparation des étalons.....	3
5.2 Préparation de l'échantillon.....	3
5.3 Analyse.....	3
6 Calcul des résultats	3
6.1 Détermination de la valeur R de chaque congénère APEO.....	3
6.2 Courbe d'étalonnage.....	4
6.3 Calcul de la concentration en APEO.....	4
7 Rapport d'essai	4
Annexe A (informative) Exemples de méthode chromatographique – CL/SM	6
Annexe B (informative) Exemples de méthode chromatographique – CL/SM/SM	9
Bibliographie	11

ISO 18254-1:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/334ec79e-9088-4eac-8655-f7acdcc6b276/iso-18254-1-2016>

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).

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).

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](http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/534ec79e-9088-4eac-8655-f7acdcc6b276/iso-18254-1-2016).

L'ISO 18254-1 a été élaborée par le Comité européen de normalisation (CEN) en collaboration avec le Comité technique ISO/TC 38, *Textiles* et le Comité technique CEN/TC 248, *Textiles et produits textiles*, conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (l'Accord de Vienne).

L'ISO 8254 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Textiles — Méthode de détection et de détermination des alkylphénols éthoxylés (APEO)*:

— *Partie 1: Méthode utilisant la CLHP-SM*

La partie suivante est en préparation:

— *Partie 2: Méthode utilisant la CLPN*

Introduction

Les alkylphénols éthoxylés, ou APEO, sont des produits à haute valeur ajoutée couramment utilisés dans les détergents et produits d'entretien industriels et domestiques, dans certaines matières plastiques ainsi que dans de nombreuses applications industrielles. De par leur utilisation et leur évacuation avec les eaux usées, ces substances peuvent se retrouver dans les effluents des eaux résiduelles et dans les masses d'eau réceptrices. L'exposition humaine aux APEO peut se produire par le biais de diverses sources telles que l'environnement, l'alimentation ou encore le contact cutané. Compte tenu de la toxicité de ces substances pour plusieurs espèces animales, la minimisation de l'exposition aux APEO est reconnue comme un aspect majeur de la préservation de la santé humaine.

Les nonylphénols éthoxylés, qui appartiennent aux tensio-actifs anioniques, soulèvent tout particulièrement de sérieux problèmes. La biodégradation des nonylphénols éthoxylés dans l'environnement entraîne la libération de nonylphénol ramifié, difficilement biodégradable. Le nonylphénol est un perturbateur endocrinien susceptible d'avoir de graves effets sur les organismes aquatiques ainsi que sur de nombreux autres organismes. C'est pourquoi il convient d'éviter de rejeter des nonylphénols éthoxylés dans l'environnement.

L'utilisation des produits chimiques présentant des concentrations supérieures ou égales à 0,1 % de nonylphénol éthoxylé et/ou de nonylphénol est limitée à des domaines spécifiques, en particulier au traitement du cuir et des textiles, ainsi qu'au nettoyage industriel et institutionnel.

Cette restriction entre dans le cadre du point 46 de l'Annexe XVII du Règlement UE REACH n° 1907/2006, qui a abrogé l'ancienne Directive 2003/53/CE.

La restriction actuelle devrait être élargie pour s'appliquer aux produits textiles lavables dans l'eau, avec une valeur limite attendue de 0,01 % (100 ppm).

ISO 18254-1:2016
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/334ec79e-9088-4eac-8655-f7acdcc6b276/iso-18254-1-2016>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 18254-1:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/334ec79e-9088-4eac-8655-f7acdcc6b276/iso-18254-1-2016>

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

Partie 1: Méthode utilisant la CLHP-SM

PRÉCAUTIONS DE SÉCURITÉ — Il incombe à l'utilisateur d'appliquer des techniques sûres et appropriées lors de la manipulation des produits indiqués dans la présente méthode d'essai. S'adresser aux fabricants afin de se procurer les informations spécifiques, telles que les fiches techniques de sécurité et les autres recommandations. Il convient de respecter les bonnes pratiques de laboratoire et que les utilisateurs se conforment à toutes les réglementations nationales et locales en matière de sécurité.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 18254 décrit les analyses utilisées pour détecter la présence d'alkylphénols éthoxylés extractibles (nonylphénols éthoxylés et octylphénols éthoxylés) dans les produits textiles. Elle présente une méthode employant un système CL/SM (chromatographie liquide avec spectrométrie de masse) afin de détecter et de quantifier les alkylphénols éthoxylés ayant une longueur de chaîne éthoxylée définie.

2 Principe

L'échantillon textile est coupé en petits morceaux, placé dans un flacon puis subit un procédé d'extraction par ultrasons en présence de méthanol. L'extrait est filtré, sans autre nettoyage complémentaire. L'extrait de méthanol est ensuite analysé par chromatographie liquide avec spectrométrie de masse (CL/SM).

3 Réactifs

Sauf indication contraire, seuls des réactifs de qualité analytique reconnue doivent être utilisés au cours de l'analyse.

NOTE Les OPEO (octylphénols éthoxylés) et les NPEO (nonylphénols éthoxylés) actuellement disponibles sont de qualité technique.

3.1 Solvants, de qualité pour analyses CLHP

3.2 Octylphénols éthoxylés, (Triton^{®1} X-100), (OPEO) n° CAS 9002-93-1, référence Sigma-Aldrich® T9284 (voir Note en 3.3).

3.3 Nonylphénols éthoxylés, (IGEPAL^{®2} CO-630), (NPEO) n° CAS 68412-54-4, référence Sigma-Aldrich® 542334 (voir Note).

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.

NOTE Les noms de marque mentionnés en 3.2 et 3.3 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.

3.4 Méthanol.

3.5 Acétonitrile (ACN).

3.6 Eau de qualité CLHP

3.7 Acide formique, fraction volumique 30 %.

3.8 Acétate d'ammonium.

3.9 Acétate d'ammonium 10 mM, pH 3,6.

3.9.1 Dissoudre 0,771 g d'acétate d'ammonium dans 900 ml d'eau (3.6).

3.9.2 Ajouter 10 ml d'acétonitrile (3.5) et bien mélanger.

3.9.3 Ajuster le pH à 3,6 avec une fraction volumique de l'acide formique à 30 % et compléter jusqu'au trait avec de l'eau (3.6) dans une fiole jaugée de 1 l.

3.9.4 Il convient de filtrer la solution tamponnée avant utilisation.

4 Appareillage

ISO 18254-1:2016

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/334ec79e-9088-4eac-8655-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/334ec79e-9088-4eac-8655-f7acdc6b276/iso-18254-1-2016)

[f7acdc6b276/iso-18254-1-2016](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/334ec79e-9088-4eac-8655-f7acdc6b276/iso-18254-1-2016)

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

4.1.1 Matériel courant de laboratoire.

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

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

4.1.4 Récipient de verre avec bouchon vissé, une capacité de 40 ml est jugée adaptée.

4.1.5 Bain-marie à ultrasons maintenu à 70 °C ± 5 °C.

4.1.6 Filtre à membrane, de 0,45 µm de porosité.

4.1.7 Flaçon en verre, avec un bouchon à septum (flaçon pour CLHP).

4.1.8 pHmètre, d'une résolution de 0,1 pH.

4.2 Équipement de chromatographie

4.2.1 Chromatographie liquide haute performance (CLHP) couplée à un spectromètre de masse (SM) et ionisation par électrospray (ESI).

4.2.2 Colonne à phase inverse avec colonne de protection.

5 Mode opératoire

5.1 Préparation des étalons

Préparer des solutions mères de a) OPEO et de b) NPEO dans du méthanol contenant 1 000 mg/l de OPEO (3.2) et de NPEO (3.3).

5.2 Préparation de l'échantillon

Couper l'échantillon de textile en morceaux de 5 mm x 5 mm environ et les mélanger de manière homogène.

Préparer environ 1 g du textile coupé, le peser à 10 mg près et le placer le récipient de verre (récipient d'extraction).

À l'aide d'une pipette, ajouter 20 ml de méthanol dans le récipient de verre (récipient d'extraction).

Placer le récipient de verre (récipient d'extraction) dans un bain à ultrasons à 70 °C pendant (60 ± 5) min.

Puis laisser l'extrait refroidir à la température ambiante.

Filtrer environ 1 ml de la solution d'extraction dans un flacon CLHP au moyen d'une seringue jetable dotée d'un filtre à membrane.

5.3 Analyse

La détection et la quantification des alkylphénols éthoxylés définis sont réalisées par chromatographie liquide couplée à la spectrométrie de masse (CL/SM) avec gradient d'éluion et ionisation par électrospray (ESI).

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

Des directives sur les conditions chromatographiques appropriées sont indiquées à l'Annexe A pour la CL/SM et à l'Annexe B pour la CL/SM/SM.

6 Calcul des résultats

6.1 Détermination de la valeur R de chaque congénère APEO

Étalonner la fraction massique (R) de chaque congénère APEO et calculer la concentration de chaque isomère APEO comme suit:

$$\text{Fraction massique de chaque APEO } (n), R (\%) = \frac{AO}{AOT} \times 100 \quad (1)$$

où

AO est la réponse de chaque congénère APEO;

AOT est la somme de toutes les réponses APEO (de APEO 2 à APEO 16).

$$\text{Concentration exacte de chaque APEO } (n), \text{ concentration exact (mg/l)} = \frac{R \times C_{\text{std}}}{100} \text{ mg/l} \quad (2)$$

où

C_{std} est la concentration en solution étalon APEO de chaque solution de travail.