

---

---

**Textiles et produits textiles —  
Détermination des composés  
organostanniques —**

**Partie 2:  
Méthode directe utilisant la  
chromatographie en phase liquide**

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

*Textiles and textile products — Determination of organotin  
compounds —*

*Part 2: Direct method using liquid chromatography*

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9a31ac18-2ab3-4267-8fa0-  
aaed0da44cd/iso-22744-2-2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9a31ac18-2ab3-4267-8fa0-aaed0da44cd/iso-22744-2-2020)



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

ISO 22744-2:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9a31ac18-2ab3-4267-8fa0-aaaed0da44cd/iso-22744-2-2020>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2020

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  
E-mail: [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web: [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Appareillage et matériel</b> .....	<b>3</b>
<b>7</b> <b>Préparation de l'échantillon d'essai</b> .....	<b>3</b>
<b>8</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>3</b>
8.1    Généralités.....	3
8.2    Préparation du solvant d'extraction (250 mg/l de tropolone dans un mélange de méthanol et d'éthanol).....	3
8.3    Préparation de la solution d'étalonnage.....	4
8.3.1    Généralités.....	4
8.3.2    Étalons internes – Solution mère (1 000 mg/l de cation organostannique).....	4
8.3.3    Étalons internes – Solution de travail (2 mg/l de cation organostannique).....	4
8.3.4    Étalons – Solution mère (1 000 mg/l de cation organostannique).....	4
8.3.5    Étalons – Solution de travail (10 mg/l de cation organostannique).....	4
8.4    Extraction de l'échantillon.....	5
8.5    Analyse de l'échantillon.....	6
<b>9</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>6</b>
9.1    Courbe d'étalonnage.....	6
9.2    Calcul.....	6
9.3    Fiabilité de la méthode.....	7
<b>10</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>7</b>
<b>Annexe A (informative) Exemple de conditions chromatographiques</b> .....	<b>9</b>
<b>Annexe B (informative) Exemple de préparation de l'étalonnage</b> .....	<b>11</b>
<b>Annexe C (informative) Fiabilité de la méthode</b> .....	<b>12</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>13</b>

## 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 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](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 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.html](http://www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html).

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 38, *Textiles*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 248, *Textiles et produits textiles*, du Comité européen de normalisation (CEN), conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Une liste de toutes les parties de la série ISO 22744 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](http://www.iso.org/fr/members.html).

# Textiles et produits textiles — Détermination des composés organostanniques —

## Partie 2: Méthode directe utilisant la chromatographie en phase liquide

**AVERTISSEMENT** — Le présent document implique l'utilisation de matériaux dangereux. Il n'a pas pour but d'aborder tous les problèmes de sécurité ou environnementaux liés à son utilisation. Il incombe aux utilisateurs du présent document de prendre des mesures appropriées pour garantir la protection de la santé humaine, de la sécurité et de l'environnement avant toute application de ce document.

### 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode d'essai pour la qualification et la quantification des composés organostanniques. Cette méthode s'applique à tous les types de matériaux de produits textiles.

NOTE Le CEN/TR 16741 définit à quels matériaux s'applique cette détermination.

### 2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils 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 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:

- 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

Les composés organostanniques sont extraits des matériaux d'un produit textile à l'aide d'un mélange de méthanol et d'éthanol, en utilisant de la tropolone comme agent complexant. Les complexes de tropolone mono- et di-organostanniques et les cations tri-organostanniques formés au cours du mode opératoire d'extraction sont directement analysés par un chromatographe en phase liquide avec un spectromètre de masse en tandem (LC-MS/MS). Cette méthode ne nécessite pas d'étape de dérivatisation additionnelle.

Le [Tableau 1](#) donne la liste des composés organostanniques qui peuvent être analysés en utilisant le présent document.

Le présent document est également applicable à d'autres composés organostanniques, à condition que la méthode soit validée avec les composés additionnels.

**Tableau 1 — Liste des composés organostanniques pouvant être analysés et des étalons internes**

Type de composé	Composé	Numéro CAS <sup>a</sup>
Monosubstitué	Étalon interne : trichlorure de n-heptylétain	59344-47-7
	Trichlorure de n-butylétain	1118-46-3
	Trichlorure de n-octylétain	3091-25-6
	Trichlorure de phénylétain	1124-19-2
Disubstitué	Étalon interne : dichlorure de di-n-heptylétain	74340-12-8
	Dichlorure de di-n-butylétain	683-18-1
	Dichlorure de di-n-octylétain	3542-36-7
	Dichlorure de diphenylétain	1135-99-5
Trisubstitué	Étalon interne : chlorure de tri-n-propylétain	2279-76-7
	Chlorure de tri-n-butylétain <sup>b</sup>	1461-22-9
	Chlorure de tri-n-octylétain	2587-76-0
	Chlorure de triphénylétain (ou chlorure de fentine)	639-58-7
	Chlorure de tricyclohexylétain	3091-32-5
<sup>a</sup>	Chemical Abstract Service. <a href="https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/22744-2-2020">ISO 22744-2:2020</a>	
<sup>b</sup>	Si de l'oxyde de bis(tri-n-butylétain)(TBTO), n° CAS 56-35-9, est présent, il est détecté comme étant du tri-n-butylétain.	

## 5 Réactifs

Sauf spécification contraire, des produits chimiques de qualité analytique, particulièrement adaptés à la chromatographie en phase liquide ([5.1](#) à [5.5](#)), doivent être utilisés.

### 5.1 Eau.

### 5.2 Méthanol.

### 5.3 Éthanol.

### 5.4 Formiate d'ammonium.

### 5.5 Acide formique.

### 5.6 Tropolone (2-hydroxy-2,4,6-cycloheptatrien-1-one), n° CAS : 533-75-5.

### 5.7 Composés organostanniques figurant dans le [Tableau 1](#).

## 6 Appareillage et matériel

L'équipement et la verrerie de laboratoire usuels doivent être utilisés, conformément à l'ISO 4787, avec en plus :

- 6.1 **Balance analytique**, d'une résolution de 0,1 mg.
- 6.2 **Récipient en verre**, muni d'un bouchon à vis, de 40 ml, par exemple.
- 6.3 **Bain d'eau à ultrasons** dont la température est réglable, adapté pour une utilisation à environ 60 °C.
- 6.4 **Seringue jetable et filtre-seringue**, d'une porosité de 0,45 µm ou moins.
- 6.5 **Flacon en verre**, avec septum pour LC, par exemple de 2 ml.
- 6.6 **Micropipettes**, couvrant la plage de 10 µl à 500 µl, munies d'orifices de prélèvement à usage unique.
- 6.7 **Pipettes**, d'une capacité de 1 ml à 10 ml.
- 6.8 **Chromatographe en phase liquide avec spectromètre de masse en tandem (LC-MS/MS)**.

NOTE Une colonne de phase inversée C18 pour chromatographie en phase liquide a été jugée appropriée pour l'analyse.

iTech STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 7 Préparation de l'échantillon d'essai

L'échantillon d'essai consiste en un seul matériau prélevé sur le produit textile, par exemple textile, matériau revêtu, polymère ou autre. Il convient que la préparation de l'échantillon implique l'enlèvement des différents matériaux du produit textile et la préparation d'une éprouvette constituée de morceaux d'une longueur de côté maximale de 4 mm.

Jusqu'à trois éprouvettes d'essai (de masse égale) composées du même type de matériau peuvent être soumises à l'essai ensemble, en prenant en considération les limites de détection et de quantification.

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Généralités

**PRÉCAUTIONS DE SÉCURITÉ — Les composés organostanniques sont toxiques et connus pour être des perturbateurs endocriniens ; il convient donc de les manipuler avec le plus grand soin.**

Il convient d'attendre que toutes les substances chimiques conservées au frais aient atteint la température ambiante avant de prélever une aliquote.

### 8.2 Préparation du solvant d'extraction (250 mg/l de tropolone dans un mélange de méthanol et d'éthanol)

Par exemple, utiliser la balance analytique (6.1) pour peser 0,125 g de tropolone (5.6) dans un bécher en verre et dissoudre dans environ 20 ml de mélange de méthanol (5.2) et d'éthanol (5.3) (80/20 en volume). Diluer à 500 ml avec le même mélange de méthanol (5.2) et d'éthanol (5.3) dans une fiole jaugée pour obtenir une solution à 250 mg/l de tropolone.

Cette solution peut être utilisée jusqu'à un mois après sa préparation et conservée au réfrigérateur à environ 6 °C.

### 8.3 Préparation de la solution d'étalonnage

#### 8.3.1 Généralités

Des solutions commerciales sont disponibles sur le marché et peuvent être utilisées pour préparer la solution de travail d'étalons internes et la solution de travail d'étalons. Garder à l'esprit la concentration et le type (forme chlorure ou cation) de la solution commerciale. La concentration massique pour la courbe d'étalonnage et le résultat sont exprimés en cations organostanniques.

EXEMPLE Avec le dichlorure de di-n-butylétain,  $\text{Bu}_2\text{SnCl}_2$  est la forme chlorure et  $\text{Bu}_2\text{Sn}^{2+}$  est la forme cation.

#### 8.3.2 Étalons internes – Solution mère (1 000 mg/l de cation organostannique)

Des étalons internes sont disponibles dans le commerce sous forme de solutions certifiées. Autrement, une solution d'étalons internes peut être préparée. Trois étalons internes doivent être utilisés comme solutions dans le méthanol (5.2).

Pour préparer une solution d'étalon interne, utiliser la balance analytique (6.1) pour peser la quantité appropriée de chlorure de tri-n-propylétain, de dichlorure de di-n-heptylétain et de trichlorure de n-heptylétain. Dissoudre ces composés ensemble dans du méthanol (5.2) dans une fiole jaugée unique pour obtenir la concentration massique de 1 000 mg/l pour chaque cation organostannique.

Conserver la solution étalon au réfrigérateur à environ 6 °C pendant un an au maximum lorsqu'elle n'est pas employée afin de réduire au maximum l'évaporation du solvant.

#### 8.3.3 Étalons internes – Solution de travail (2 mg/l de cation organostannique)

Utiliser une micropipette (6.6) pour transférer un volume approprié de la solution mère d'étalons internes (voir 8.3.2) dans une fiole jaugée et compléter au volume avec du méthanol (5.2) pour obtenir une solution à 2 mg/l de chaque cation organostannique.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)  
ISO 22744-2:2020  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9a31ac18-2ab3-4267-8fa0-aaaed0da44cd/iso-22744-2-2020>

#### 8.3.4 Étalons – Solution mère (1 000 mg/l de cation organostannique)

Des étalons sont disponibles dans le commerce sous forme de solutions certifiées. Autrement, une solution d'étalons peut être préparée.

À l'aide de la balance analytique (6.1), peser la quantité appropriée de chaque composé organostannique (voir le Tableau 2). Dissoudre chacun d'eux (séparément) dans du méthanol (5.2) dans une fiole jaugée appropriée pour obtenir la concentration massique de 1 000 mg/l pour chaque cation organostannique.

Conserver la solution étalon au réfrigérateur à environ 6 °C pendant un an au maximum lorsqu'elle n'est pas employée afin de réduire au maximum l'évaporation du solvant.

#### 8.3.5 Étalons – Solution de travail (10 mg/l de cation organostannique)

Utiliser une micropipette (6.6) pour transférer un volume approprié de chaque solution mère d'étalons (voir 8.3.4) dans une fiole jaugée appropriée et compléter au volume avec du méthanol (5.2) pour obtenir une solution à 10 mg/l de cation organostannique.



**Tableau 2 — Quantité de chlorure de composé organostannique et facteur de pondération pour recalculer les cations organostanniques**

OTC	OC	Acronyme <sup>a</sup>	Facteur de pondération <sup>b</sup>	Masse <sup>c</sup> mg
Étalons				
Trichlorure de n-butylétain	Cation n-butylétain	MBT	0,623	160,5
Trichlorure de n-octylétain	Cation n-octylétain	MOT	0,686	145,8
Trichlorure de phénylétain	Cation phénylétain	MPhT	0,648	154,3
Dichlorure de di-n-butylétain	Cation di-n-butylétain	DBT	0,767	130,4
Dichlorure de di-n-octylétain	Cation di-n-octylétain	DOT	0,830	120,5
Dichlorure de diphenylétain	Cation diphenylétain	DPhT	0,793	126,1
Chlorure de tri-n-butylétain	Cation tri-n-butylétain	TBT	0,891	112,2
Chlorure de tri-n-octylétain	Cation tri-n-octylétain	TOT	0,927	107,9
Chlorure de triphénylétain	Cation triphénylétain	TPhT	0,908	110,1
Chlorure de tricyclohexylétain	Cation tricyclohexylétain	TCyT	0,912	109,6
Étalons internes				
Trichlorure de n-heptylétain	Cation n-heptylétain	MHT	0,672	148,8
Dichlorure de di-n-heptylétain	Cation di-n-heptylétain	DHT	0,817	122,4
Chlorure de tri-n-propylétain	Cation tri-n-propylétain	TPT	0,875	114,3
<sup>a</sup> Les acronymes correspondent aux chlorures organostanniques (OTC) et aux cations organostanniques (OC). <sup>b</sup> Facteur de pondération = masse molaire (OC)/masse molaire (OTC). <sup>c</sup> Si la masse des composés pesés est différente de celle indiquée dans ce tableau, utiliser le facteur de pondération pour calculer la concentration réelle de l'OC.				

La concentration massique du cation organostannique est habituellement calculée à l'aide de la [Formule \(1\)](#) :

$$\rho_{\text{Sn}} = \rho_{\text{Cl}} \times W_{\text{F}} \quad (1)$$

où

$\rho_{\text{Sn}}$  est la concentration massique du cation organostannique, en mg/l ;

$\rho_{\text{Cl}}$  est la concentration massique du chlorure organostannique, en mg/l ;

$W_{\text{F}}$  est le facteur de pondération.

**EXEMPLE 1** En pesant 160,5 mg de trichlorure de n-butylétain ( $\text{BuSnCl}_3$ ) dans 100 ml de solvant, on obtient une solution de 1 605 mg/l de trichlorure de n-butylétain, ce qui correspond à une concentration de :  $1\,605 \times 0,623 = 1\,000$  mg/l de cation n-butylétain ( $\text{BuSn}^{3+}$ ).

**EXEMPLE 2** En pesant 110,4 mg de dichlorure de di-n-octylétain [ $(\text{C}_8\text{H}_{17})_2\text{SnCl}_2$ ] dans 100 ml de solvant, on obtient une solution de 1 104 mg/l de dichlorure de di-n-octylétain, ce qui correspond à une concentration de :  $1\,104 \times 0,830 = 916$  mg/l de cation di-n-octylétain [ $(\text{C}_8\text{H}_{17})_2\text{Sn}^{2+}$ ].

## 8.4 Extraction de l'échantillon

**8.4.1** À l'aide de la balance analytique (6.1), peser 1 g d'échantillon (voir l'Article 7) dans un récipient en verre (6.2) et noter la masse,  $m_1$ .

**8.4.2** Ajouter 9,5 ml de solvant d'extraction (8.2) et 0,5 ml de la solution de travail d'étalon interne (voir 8.3.3).