

# PROJET DE NORME INTERNATIONALE

## ISO/DIS 22744-2

ISO/TC 38

Secrétariat: SAC

Début de vote:  
2019-10-02

Vote clos le:  
2019-12-25

---

---

### Textiles et produits textiles - Détermination des composés organostanniques —

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

*Textiles and textile products — Determination of organotin compounds —  
Part 2: Direct method using liquid chromatography*

ICS: 59.080.01

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

CE DOCUMENT EST UN PROJET DIFFUSÉ POUR OBSERVATIONS ET APPROBATION. IL EST DONC SUSCEPTIBLE DE MODIFICATION ET NE PEUT ÊTRE CITÉ COMME NORME INTERNATIONALE AVANT SA PUBLICATION EN TANT QUE TELLE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

Le présent document est distribué tel qu'il est parvenu du secrétariat du comité.

**TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN**



Numéro de référence  
ISO/DIS 22744-2:2019(F)

© ISO 2019

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



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2019

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en oeuvre, 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, Geneva  
Tél.: +41 22 749 01 11  
Fax: +41 22 749 09 47  
E-mail: [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Website: [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

<b>Sommaire</b>	<b>Page</b>
Avant-propos.....	iv
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Termes et définitions</b> .....	1
4 <b>Principe</b> .....	2
5 <b>Réactifs</b> .....	2
6 <b>Appareillage</b> .....	3
6.1 <b>Appareillage et accessoires pour la préparation de l'échantillon</b> .....	3
6.2 <b>Matériel de chromatographie</b> .....	3
7 <b>Préparation des échantillons d'essai</b> .....	3
8 <b>Mode opératoire</b> .....	3
8.1 <b>Préparation du solvant d'extraction (250 mg/l de tropolone dans un mélange de méthanol et d'éthanol)</b> .....	3
8.2 <b>Préparation des solutions d'étalonnage</b> .....	4
8.2.1 <b>Généralités</b> .....	4
8.2.2 <b>Étalons internes - solution mère (1 000 mg/l de cation organostannique)</b> .....	4
8.2.3 <b>Étalons internes - solution de travail (2 mg/l de cation organostannique)</b> .....	4
8.2.4 <b>Étalons - solution mère (1 000 mg/l de cation organostannique)</b> .....	4
8.2.5 <b>Étalons - solution de travail (10 mg/l de cation organostannique)</b> .....	4
8.3 <b>Préparation de l'échantillon</b> .....	6
8.4 <b>Extraction de l'échantillon</b> .....	6
8.5 <b>Analyse de l'échantillon</b> .....	6
9 <b>Expression des résultats</b> .....	6
9.1 <b>Courbe d'étalonnage</b> .....	6
9.2 <b>Calcul</b> .....	7
10 <b>Rapport d'essai</b> .....	8
<b>Annexe A (informative) Exemple de conditions chromatographiques</b> .....	9
<b>Annexe B (informative) Exemple de préparation de l'étalonnage</b> .....	11
<b>Annexe C (informative) Fiabilité de la méthode</b> .....	12

## 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*.

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** — La présente norme implique l'utilisation de matériaux dangereux. Elle n'a pas pour but d'aborder tous les problèmes de sécurité ou environnementaux liés à son utilisation. Il incombe aux utilisateurs de la présente norme de prendre des mesures appropriées pour garantir la protection de la santé humaine, de la sécurité et de l'environnement avant toute application de cette norme, et de satisfaire aux exigences statutaires et réglementaires correspondantes.

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode d'essai permettant de déterminer la présence de 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

ISO/TS 16179, *Chaussures — Substances critiques potentiellement présentes dans les chaussures et les composants de chaussures — Détermination des composés organostanniques dans les matériaux de chaussures*

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 <http://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia : disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

### 3.1 Cations organostanniques (OC)

Partie du composé organostannique qui contient toutes les liaisons Sn-C

NOTE Dans le présent document, l'abréviation OC comprend les cations MBT, DBT, TBT, MOT, DOT, TOT, TCyT et TPhT.

### 3.2 Composés organostanniques (OTC)

Substance avec au moins une liaison Sn-C

## 4 Principe

Les composés organostanniques sont extraits des échantillons d'essai textiles à l'aide d'un mélange de méthanol et d'éthanol, présentant une acidité moyenne, en utilisant de la tropolone comme agent complexant. Les complexes de tropolone mono- et di-organostanniques et les composés 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.

## 5 Réactifs

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

### 5.1 Composés organostanniques

- 5.1.1 Trichlorure de n-butylétain, n° CAS : 1118-46-3.
  - 5.1.2 Trichlorure de n-octylétain, n° CAS : 3091-25-6.
  - 5.1.3 Dichlorure de di-n-butylétain, n° CAS : 683-18-1.
  - 5.1.4 Dichlorure de di-n-octylétain, n° CAS : 3542-36-7.
  - 5.1.5 Chlorure de tri-n-butylétain, n° CAS : 1461-22-9.
  - 5.1.6 Chlorure de triphénylétain, n° CAS : 639-58-7.
  - 5.1.7 Chlorure de tricyclohexylétain, n° CAS : 3091-32-5.
  - 5.1.8 Chlorure de tri-n-octylétain, n° CAS : 2587-76-0.
  - 5.1.9 Trichlorure de n-heptylétain, n° CAS : 59344-47-7 (étalon interne).
  - 5.1.10 Dichlorure de di-n-heptylétain, n° CAS : 74340-12-8 (étalon interne).
  - 5.1.11 Monochlorure de tri-n-propylétain, n° CAS : 2279-76-7 (étalon interne).
- 5.2 Eau (de qualité pour HPLC).
- 5.3 Méthanol (de qualité pour HPLC).
- 5.4 Éthanol (de qualité pour HPLC).
- 5.5 Formiate d'ammonium (de qualité pour HPLC).

**5.6 Acide formique** (de qualité pour HPLC).

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

## **6 Appareillage**

### **6.1 Appareillage et accessoires pour la préparation de l'échantillon**

**6.1.1 Balance analytique, avec une résolution de 0,001 g.**

**6.1.2 Flaçon en verre à bouchon à vis** (pour le prétraitement de l'échantillon, par exemple de 40 ml).

**6.1.3 Bain d'eau à ultrasons dont la température est réglable, adapté pour une utilisation à environ 60 °C.**

**6.1.4 Seringue jetable et filtre-seringue** (d'une porosité de 0,45 µm ou moins).

**6.1.5 Flaçon en verre** (avec septum pour HPLC, par exemple de 2 ml).

**6.1.6 Fiole jaugée** (de 10 ml, 100 ml et 500 ml).

**6.1.7 Bécher en verre.**

**6.1.8 Micropipette** (ayant une étendue de mesure de 10 µl à 1 000 µl et de 1 000 µl à 5 000 µl, avec embouts jetables).

### **6.2 Matériel de chromatographie**

**6.2.1 Chromatographe en phase liquide avec spectromètre de masse en tandem (LC-MS/MS).**

**6.2.2 Colonne de phase inversée C18 pour chromatographe en phase liquide.**

## **7 Préparation des échantillons d'essai**

L'échantillon d'essai consiste en un seul matériau prélevé sur le produit textile, par exemple textile, matériau revêtu, polymère, cuir 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'un diamètre maximal de 5 mm.

## **8 Mode opératoire**

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

À l'aide de la balance analytique (6.1.1), peser 0,125 g de tropolone (5.7) dans un bécher en verre et dissoudre dans environ 20 ml de mélange de méthanol (5.3) et d'éthanol (5.4) (80/20 en volume). Diluer à 500 ml dans une fiole jaugée. Pour d'autres volumes, préparer le solvant d'extraction avec les mêmes concentrations.

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

## 8.2 Préparation des solutions d'étalonnage

### 8.2.1 Généralités

Les composés organostanniques sont disponibles sur le marché sous forme de chlorures, mais la concentration pour la courbe d'étalonnage et le résultat sont exprimés en mg/kg de cations organostanniques.

EXEMPLE 1 Avec le dichlorure de dibutylétain,  $\text{Bu}_2\text{SnCl}_2$  (dichlorure de dibutylétain) est la forme chlorure et  $\text{Bu}_2\text{Sn}^{2+}$  est la forme cation.

### 8.2.2 Étalons internes – solution mère (1 000 mg/l de cation organostannique)

À l'aide de la balance analytique (6.1.1), peser la quantité appropriée de chlorure de tri-n-propylétain (5.1.11), de dichlorure de di-n-heptylétain (5.1.10) et de trichlorure de n-heptylétain (5.1.9). Dissoudre ces composés ensemble dans du méthanol (5.3) dans une fiole jaugée de 100 ml jusqu'au volume indiqué.

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.

### 8.2.3 Étalons internes – solution de travail (2 mg/l de cation organostannique)

À l'aide de la micropipette (6.1.8), transférer 0,2 ml de la solution mère (8.2.2) dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au volume avec du méthanol (5.3).

Cela correspond à une solution de travail de 2 mg/l pour les trois étalons internes.

### 8.2.4 Étalons – solution mère (1 000 mg/l de cation organostannique)

À l'aide de la balance analytique (6.1.1), peser la quantité appropriée de chaque composé organostannique cible spécifié dans le Tableau 1. Dissoudre ces composés ensemble dans du méthanol (5.3) dans une fiole jaugée de 100 ml jusqu'au volume indiqué.

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.

### 8.2.5 Étalons – solution de travail (10 mg/l de cation organostannique)

À l'aide de la micropipette (6.1.8), transférer 1,0 ml de la solution mère (8.2.4) dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au volume avec du méthanol (5.3).



**Tableau 1 — Quantité de composés organostanniques et facteur de pondération pour recalculer les cations organostanniques (pour des composés purs à 100 %)**

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
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
Chlorure de tri-n-butylétain	Cation tri-n-butylétain	TBT	0,891	112,2
Chlorure de tri-n-octylétain	Cation tri-n-octylétain	TOT	0,929	107,6
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 composés 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.				

EXEMPLE 1 En pesant 160,5 mg de trichlorure de n-butylétain ( $\text{BuSnCl}_3$ ), 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 [ $(\text{C}_8\text{H}_{17})_2\text{SnCl}_2$ ], 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 [ $(\text{C}_8\text{H}_{17})_2\text{Sn}^{2+}$ ].