

PROJET DE NORME INTERNATIONALE

ISO/DIS 22818

ISO/TC 38

Secrétariat: JISC

Début de vote:
2020-04-10

Vote clos le:
2020-07-03

Textiles — Détermination des paraffines chlorées à chaîne courte (SCCP) et moyenne (MCCP) dans des produits textiles sur différentes matrices par GC-NCI-MS

Textiles — Determination of SCCP and MCCP in textile products out of different matrices by use of GC-NCI-MS

ICS: 59.060.01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 22818](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab2eb73f-122c-421b-8156-606569c58fcc/iso-fdis-22818)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab2eb73f-122c-421b-8156-606569c58fcc/iso-fdis-22818>

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 22818:2020(F)

© ISO 2020

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 22818

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab2eb73f-122c-421b-8156-606569c58fcc/iso-fdis-22818>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

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
Website: 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	2
6 Équipement	2
7 Préparation des solutions d'étalonnage	3
7.1 Préparation de la solution étalon de SCCP (5 µg/ml) chlorée à 59 %	3
7.2 Préparation de la solution étalon de SCCP (50 µg/ml) chlorée à 59 %	3
7.3 Préparation de la solution étalon de SCCP (75 µg/ml) chlorée à 59 %	3
7.4 Préparation de la solution de MCCP (5 µg/ml) chlorée à 55 %	3
7.5 Préparation de la solution étalon de MCCP (50 µg/ml) chlorée à 55 %	3
7.6 Préparation de la solution de MCCP (75 µg/ml) chlorée à 55 %	3
8 Prélèvement des éprouvettes	3
8.1 Extraction de l'éprouvette	3
8.2 Mode opératoire de purification à l'acide sulfurique	4
9 Détermination par GC/MS	4
9.1 Étalonnage quotidien	4
9.2 Ions utilisés	4
10 Évaluation	5
11 Interférences	5
11.1 Interférences des masses des MCCP	5
11.2 Interférences des masses des SCCP	6
12 Rapport d'essai	6
Annexe A (normative) Intégration par l'évaluation de la forme des pics	7
Annexe B (informative) Paramètres chromatographiques (se référer à l'ISO/FDIS 18219:2014)	12
Annexe C (informative) Fiabilité de la méthode	14
Bibliographie	15

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.html.

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

Introduction

Les paraffines chlorées à chaîne courte (C10-C13, à teneur en chlore > 48 %) sont visées par la Convention de Stockholm sur les polluants organiques persistants.

En Europe, conformément au Règlement (CE) n° 850/2004 du Parlement européen et du Conseil du 29 avril 2004 concernant les polluants organiques persistants et modifiant la directive 79/117/CEE, l'Article 3, paragraphe 1, conjointement avec l'Annexe 1 Alcanes C10-C13, stipule que les chloroalcanes (paraffines chlorées à chaîne courte, SCCP) (CAS N° 85535-84-8) doivent être interdits dans les composants d'articles. Les articles dont la concentration massique en SCCP est inférieure à 0,15 % doivent être autorisés.

De plus, il est devenu courant dans l'industrie de limiter l'utilisation d'alcanes C14-C17 ainsi que celle des chloroalcanes (paraffines chlorées à chaîne moyenne, MCCP).

Les SCCP et MCCP sont utilisés comme retardateurs de flammes dans les textiles, comme plastifiants dans les polymères et comme agents de finition pour le cuir. Les SCCP et les MCCP représentent un problème pour les fabricants et détaillants de textiles du fait de leur utilisation dans les étoffes, supports textiles revêtus, films plastiques imprimés, boutons, écussons en cuir, etc.

L'analyse des paraffines chlorées représente un défi de taille. En effet, les composés techniques sont toujours des mélanges complexes de substances présentant différentes longueurs de chaînes et différents degrés de chloration. La séparation par GC (acronyme issu de l'anglais "*gas chromatography*" qui signifie "chromatographie en phase gazeuse") de ces mélanges révèle également un chevauchement partiel des longueurs de chaîne (entre chaîne courte et chaîne moyenne) et des degrés de chloration. Les réponses aux différents degrés de chloration sont extrêmement variables. La présente norme décrit un mode opératoire permettant d'obtenir des résultats comparables pour les SCCP et MCCP, à l'aide d'une solution d'étalonnage définie pour les mélanges les plus utilisés (degré de chloration de 59 % pour les SCCP et de 55 % pour les MCCP) et de quatre traces d'ions pour les SCCP ainsi que pour les MCCP, en utilisant la méthode par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse avec ionisation chimique négative (GC-NCI-MS).

<https://www.iso.org/standard/606569c58fcc/iso-fdis-22818>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 22818

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab2eb73f-122c-421b-8156-606569c58fcc/iso-fdis-22818>

Textiles — Détermination des paraffines chlorées à chaîne courte (SCCP) et moyenne (MCCP) dans des produits textiles sur différentes matrices par GC-NCI-MS

AVERTISSEMENT — Le présent document nécessite l'utilisation de substances et/ou de modes opératoires qui peuvent être préjudiciables à la santé et à l'environnement si les précautions appropriées ne sont pas prises. 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 une méthode chromatographique permettant de déterminer la quantité de paraffines chlorées à chaîne courte et moyenne (SCCP : C10-C13 et MCCP : C14-C17) présentes dans les articles textiles, en particulier dans le polymère des tissus enduits imprimés en polymère et dans les boutons fabriqués en polymère (exemple : polychlorure de vinyle) au moyen d'une extraction par solvant et par GC-NCI-MS.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte 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 4787:2010, *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/>

4 Principe

Les éprouvettes sont soumises à une extraction au toluène, suivie d'une purification à l'acide sulfurique. L'analyse est effectuée par GC-NCI-MS, avec une solution d'étalonnage définie et huit traces d'ions caractéristiques.

Il convient de souligner qu'il s'agit d'une méthode conventionnelle. Toutes les étapes doivent être réalisées telles qu'elles sont décrites. Toute variation du mode opératoire se traduit par des écarts de résultat.

5 Réactifs

Sauf indication contraire, utiliser des produits chimiques de qualité analytique.

5.1 n-hexane

5.2 Toluène

5.3 Solution d'étalon interne (IS) A : lindane comme étalon interne (IS) en solution, à raison d'environ $\rho = 100 \mu\text{g}$ d'IS/ml de n-hexane

5.4 Solution d'étalon interne (IS) B : diluer la solution d'IS A (5.3) au 1/50. Lindane comme étalon interne (IS) en solution, à raison d'environ $\rho = 2 \mu\text{g}$ d'IS/ml de n-hexane

5.5 Acide sulfurique concentré ($\rho = 1,84 \text{ g/ml}$ à $20 \text{ }^\circ\text{C}$)

Solutions étalons

5.6 SCCP de qualité technique, à teneur en Cl de 55,5 %, $\rho = 100 \mu\text{g/ml}$ de cyclohexane

5.7 SCCP de qualité technique, à teneur en Cl de 63 %, $\rho = 100 \mu\text{g/ml}$ de cyclohexane

5.8 MCCP de qualité technique, à teneur en Cl de 52 %, $\rho = 100 \mu\text{g/ml}$ de cyclohexane

5.9 MCCP de qualité technique, à teneur en Cl de 57 %, $\rho = 100 \mu\text{g/ml}$ de cyclohexane

NOTE Ces solutions étalons sont disponibles dans le commerce.

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6 Équipement

ISO/FDIS 22818

Utiliser l'équipement et la verrerie de laboratoire courants, conformément à l'ISO 4787, ainsi que les éléments suivants :

<https://standards.iteh.ai/en/standards/iso-fdis-22818/2020-12-15>
606569c58fcc/iso-fdis-22818

6.1 Pipettes correspondant aux tailles requises et pipettes variables.

6.2 Balance analytique, précise au milligramme près.

6.3 Flacons hermétiques en verre avec couvercles, d'une capacité de 20 ml et environ 2 ml, utilisables pour l'extraction par solvant, la purification à l'acide sulfurique et l'analyse GC-MS.

6.4 Bain à ultrasons, thermo-régulé, pouvant maintenir une température d'environ $60 \text{ }^\circ\text{C}$.

6.5 Évaporateur (par exemple, avec bloc chauffant et flux gazeux régulé balayant le liquide ou évaporateur rotatif sous vide avec régulation du vide).

6.6 Membrane filtrante, d'une taille de pores de $0,45 \mu\text{m}$.

6.7 Agitateur vortex.

6.8 Agitateur assurant un mélange efficace des phases.

NOTE Un agitateur horizontal, à fréquence de rotation minimale de 5 s^{-1} , une distance de migration de 2 cm à 5 cm convient ici.

6.9 Chromatographe en phase gazeuse couplé à un détecteur sélectif de masse fonctionnant en mode ionisation chimique négative, GC-NCI-MS.

NOTE Une description de l'appareillage de chromophotographie est fournie à l'Annexe B.

7 Préparation des solutions d'étalonnage

7.1 Préparation de la solution étalon de SCCP (5 µg/ml) chlorée à 59 %

Transférer 53,3 µl de solution étalon de SCCP à teneur en Cl de 55,5 % et 46,7 µl de solution étalon de SCCP à teneur en Cl de 63 % dans une fiole jaugée de 2 ml. Ajouter 40 µl de la solution d'étalon interne (IS) A (5.3) et compléter à la marque avec du n-hexane.

7.2 Préparation de la solution étalon de SCCP (50 µg/ml) chlorée à 59 %

Transférer 533 µl de solution étalon de SCCP à teneur en Cl de 55,5 % et 467 µl de solution étalon de SCCP à teneur en Cl de 63 % dans une fiole jaugée de 2 ml. Ajouter 40 µl de la solution d'étalon interne (IS) A (5.3) et compléter à la marque avec du n-hexane.

7.3 Préparation de la solution étalon de SCCP (75 µg/ml) chlorée à 59 %

Transférer 800 µl de solution étalon de SCCP à teneur en Cl de 55,5 % et 700 µl de solution étalon de SCCP à teneur en Cl de 63 % dans une fiole jaugée de 2 ml. Ajouter 40 µl de la solution d'étalon interne (IS) A (5.3) et compléter à la marque avec du n-hexane.

7.4 Préparation de la solution de MCCP (5 µg/ml) chlorée à 55 %

Transférer 40 µl de solution étalon de MCCP à teneur en Cl de 52 % et 60 µl de solution étalon de MCCP à teneur en Cl de 57 % dans une fiole jaugée de 2 ml. Ajouter 40 µl de la solution d'étalon interne (IS) A (5.3) et compléter à la marque avec du n-hexane.

7.5 Préparation de la solution étalon de MCCP (50 µg/ml) chlorée à 55 %

Transférer 400 µl de solution étalon de MCCP à teneur en Cl de 52 % et 600 µl de solution étalon de MCCP à teneur en Cl de 57 % dans une fiole jaugée de 2 ml. Ajouter 40 µl de la solution d'étalon interne (IS) A (5.3) et compléter à la marque avec du n-hexane.

7.6 Préparation de la solution de MCCP (75 µg/ml) chlorée à 55 %

Transférer 600 µl de solution étalon de MCCP à teneur en Cl de 52 % et 900 µl de solution étalon de MCCP à teneur en Cl de 57 % dans une fiole jaugée de 2 ml. Ajouter 40 µl de la solution d'étalon interne (IS) A (5.3) et compléter à la marque avec du n-hexane.

NOTE Chaque laboratoire est responsable de la validation et s'assure que les limites de détermination sont atteintes.

8 Prélèvement des éprouvettes

Il convient de découper le matériau en petits morceaux de 3 mm à 5 mm.

8.1 Extraction de l'éprouvette

Peser environ $(0,5 \pm 0,01)$ g de l'éprouvette dans un récipient hermétique à l'aide de la balance analytique. Ajouter 5 ml de toluène (5.2). Si l'éprouvette n'est pas suffisamment immergée dans le solvant d'extraction, ajouter davantage de solvant et consigner le volume final pour calculer la quantité de SCCP et de MCCP. Fermer soigneusement le récipient et extraire l'éprouvette à environ 60 °C pendant (60 ± 5) min dans un bain à ultrasons. Laisser refroidir à température ambiante (température inférieure à 27 °C).

8.2 Mode opératoire de purification à l'acide sulfurique

Faire évaporer 2 ml de l'extrait de toluène (8.1) jusqu'à siccité, ajouter 2 ml de solution d'étalon interne (IS) B (5.4), redissoudre le résidu avec l'agitateur vortex (30 s) ou l'agitateur horizontal (5 min), filtrer la solution à travers une membrane filtrante. Prendre 1 ml du filtrat et ajouter 0,5 ml d'acide sulfurique (5.5), agiter pendant 30 min avec l'agitateur horizontal. Les phases doivent être mélangées efficacement. Après séparation des phases (centrifugation facultative), transvaser 0,5 ml de la phase supérieure (n-hexane) dans un autre flacon, fermer le flacon et analyser l'extrait.

NOTE La solution d'étalon interne doit être ajoutée après extraction car l'extraction peut avoir sur sa concentration des effets qu'elle n'a pas sur les SCCP/MCCP (en raison de leurs propriétés chimiques différentes).

9 Détermination par GC/MS

La solution est analysée par GC-NCI-MS. Un exemple de méthode appropriée par GC-NCI-MS est donné dans l'Annexe B.1.

Le système d'introduction doit être propre et optimisé, voir photos à l'Annexe B.2.

9.1 Étalonnage quotidien

Il est nécessaire d'avoir recours à un étalonnage en trois points (voir 7) ; chacune de ces solutions d'étalonnage doit faire l'objet d'une analyse séparée. Étalonner séparément les SCCP et MCCP.

Réaliser une quantification avec correction par étalon interne.

De longues séquences peuvent nécessiter plusieurs étalonnages. Vérifier la nécessité d'un étalonnage à l'aide d'échantillons de contrôle qualité.

9.2 Ions utilisés

Une liste des ions qu'il convient d'utiliser pour la quantification des SCCP et MCCP est donnée dans le Tableau 1. Les ions susceptibles d'être utilisés dans la solution contenant le lindane comme étalon interne sont mentionnés dans le Tableau 2.

Additionner les aires des pics des ions quantifiants sur le chromatogramme de l'étalon et les mettre en corrélation avec la concentration de l'étalon. Additionner également les aires des pics des ions quantifiants sur le chromatogramme de l'échantillon et calculer sa concentration à l'aide des réponses des solutions d'étalonnage.

Même s'il manque un ou plusieurs pics pour une longueur de chaîne, considérer que l'éprouvette a obtenu un résultat positif quant à la présence de SCCP ou MCCP.

Pour obtenir un résultat quantitatif, l'aire de chaque pic du chromatogramme de l'extrait doit se situer en dessous du point d'étalonnage le plus élevé. Dans le cas contraire, diluer l'extrait avec la solution d'étalon interne (IS) B (5.4) dans cette plage ou préciser que le résultat est supérieur au résultat calculé.

Tableau 1 — Masses pour la quantification et la qualification des SCCP et MCCP

Groupe de paraffines chlorées	Substance	Quantifiant <i>m/z</i>	Qualifiant <i>m/z</i>
SCCP	C ₁₀ C ₁₇	347	349
	C ₁₁ C ₁₇	361	363
	C ₁₂ C ₁₇	375	377
	C ₁₃ C ₁₇	389	391
MCCP	C ₁₄ C ₁₇	403	405
	C ₁₅ C ₁₇	417	419
	C ₁₆ C ₁₇	431	433
	C ₁₇ C ₁₇	445	447

NOTE Les ions quantifiants et qualifiants de C₁₂C₁₇ pourraient et devraient être changés à cause d'interférences de *m/z* 375. L'utilisation des ions C₁₇C₁₇ pourrait être critique en raison d'interférences et d'une faible réponse.

Tableau 2 — Masses pour la quantification et la qualification de la solution d'étalon interne au lindane

Solution d'étalon interne au lindane	Quantifiant <i>m/z</i>	Qualifiant <i>m/z</i>
Ions possibles	325	327
Ions possibles	255	253
Ions possibles	255	257

10 Évaluation

L'évaluation de la forme des pics a fait l'objet d'essais dont les résultats sont satisfaisants. L'intégration doit être réalisée par la méthode de l'évaluation de la forme des pics (voir Annexe A). Les résultats d'un essai interlaboratoires, relatifs à la fiabilité de cette méthode, sont présentés à l'Annexe C.

Après avoir évalué la forme du pic de l'ion témoin en prenant en compte la forme du pic de l'ion de référence de l'étalon, le pic est intégré dans la plage de temps de rétention de l'étalon. Il est ainsi possible d'éviter des superpositions d'ions interférents. Les pics sans forme de pic correspondante sont rejetés et ne seront pas intégrés.

11 Interférences

11.1 Interférences des masses des MCCP

Les masses des ions quantifiants 431 et 445 doivent être quantifiées uniquement si leur aire dépasse de 10 % celle des masses des ions quantifiants 403 ou 417 et qu'il n'y a pas de perturbation de ces masses (contrôle de la forme du pic), voir A.2.

L'ion quantifiant de C₁₇C₁₇ (*m/z* 445) donne une réponse faible et se superpose aux ions SCCP. Par conséquent, il convient de rejeter des aires si des interférences avec des SCCP sont constatées.