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

**Partie 1:
Méthode de dérivation utilisant la
chromatographie en phase gazeuse**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

Part 1: Derivatisation method using gas chromatography

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dac691f9-7616-49dd-a8ac-4d4fad32694c/iso-22744-1-2020>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 22744-1:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dac691f9-7616-49dd-a8ac-4d4fad32694c/iso-22744-1-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dac691f9-7616-49dd-a8ac-4d4fad32694c/iso-22744-1-2020>



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
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	2
6 Appareillage et matériel	3
7 Préparation de l'éprouvette	4
8 Mode opératoire	4
8.1 Généralités.....	4
8.2 Préparation de la solution de tétraéthylborate de sodium.....	4
8.3 Préparation des solutions d'étalonnage.....	4
8.3.1 Généralités.....	4
8.3.2 Étalons internes — Solution mère (100 mg/l de cation organostannique).....	6
8.3.3 Étalons internes — Solution de travail (10 mg/l de cation organostannique).....	6
8.3.4 Composés cibles — Solution mère (1 000 mg/l de cation organostannique).....	6
8.3.5 Composés cibles — Solution de travail (10 mg/l de cation organostannique).....	6
8.4 Préparation de la solution de tropolone.....	6
8.5 Préparation de la solution tampon.....	6
8.6 Préparation des solutions d'étalonnage.....	6
8.7 Préparation de l'échantillon.....	7
8.8 Préparation de la solution à blanc.....	7
8.9 Chromatographie en phase gazeuse.....	8
9 Expression des résultats	8
10 Rapport d'essai	10
Annexe A (informative) Proposition de conditions de chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse (CG-SM) pour l'analyse des composés organostanniques	11
Annexe B (informative) Fiabilité de la méthode	12
Bibliographie	13

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.html.

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

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 et produits textiles — Détermination des composés organostanniques —

Partie 1: Méthode de dérivation utilisant la chromatographie en phase gazeuse

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 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

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 substances organostanniques sont extraites 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.

L'organo-étain, composé ionique à point d'ébullition élevé, est ensuite transformé en dérivé alkyle volatil par réaction avec du tétraéthylborate de sodium, NaB(Et)₄. Enfin, il est détecté et quantifié à l'aide d'un chromatographe en phase gazeuse équipé d'un détecteur sélectif de masse (CG-SM).

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

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

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

Type de composé	Composé	Numéro CAS ^a
Monosubstitué	Étalon interne: trichlorure de n-heptylétain	59344-47-7
	Trichlorure de méthylétain	993-16-8
	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 diméthylétain	753-73-1
	Dichlorure de di-n-propylétain	867-36-7
	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-pentylétain	3342-67-4
	Chlorure de triméthylétain	1066-45-1
	Chlorure de tri-n-propylétain	2279-76-7
	Chlorure de tri-n-butylétain ^b	1461-22-9
	Chlorure de tri-n-octylétain	2587-76-0
	Chlorure de triphénylétain (ou chlorure de fentine)	639-58-7
Tétrasubstitué	Chlorure de tricyclonhexylétain	3091-32-5
	Étalon interne: tétra-n-propylétain	2176-98-9
	Tétra-n-éthylétain	597-64-8
	Tétra-n-butylétain	1461-25-2

^a Chemical Abstract Service.

^b 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, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.1 Eau, de qualité 3 selon l'ISO 3696.

5.2 Éthanol, de qualité technique ou éthanol dénaturé (IMS), n° CAS: 64-17-5.

5.3 Acide acétique glacial, n° CAS: 64-19-7.

5.4 Tétraéthylborate de sodium, n° CAS: 15523-24-7.

5.5 Tétrahydrofurane (THF), stabilisé, n° CAS: 109-99-9.

5.6 Trichlorure de n-heptylétain, n° CAS: 59344-47-7 (étalon interne).

5.7 Dichlorure de di-n-heptylétain, n° CAS: 74340-12-8 (étalon interne).

5.8 Chlorure de tri-n-pentylétain, n° CAS: 3342-67-4 (étalon interne).

5.9 Tétra-n-propylétain, n° CAS: 2176-98-9 (étalon interne).

Si le taux de récupération des étalons internes (5.6, 5.7, 5.8 et 5.9) est faible, d'autres étalons internes peuvent être utilisés (par exemple des composés deutérés) (voir aussi 9.1).

5.10 Hexane, n° CAS: 110-54-3.

5.11 Gaz inerte, par exemple azote ou argon.

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

5.13 Méthanol, de qualité analytique, n° CAS: 67-56-1.

5.14 Acétate de sodium, n° CAS: 127-09-3.

5.15 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 Chromatographe en phase gazeuse, avec détecteur sélectif de masse (CG-SM).

6.2 Balance analytique, d'une résolution de 0,1 mg.

6.3 Récipient en verre, muni d'un bouchon à vis, d'un volume de par exemple 50 ml.

6.4 Micropipettes, couvrant la plage de 10 µl à 500 µl, munies d'orifices de prélèvement à usage unique.

6.5 Pipettes, d'une capacité de 1 ml à 10 ml.

6.6 pH-mètre étalonné, équipé d'une électrode combinée en verre, couvrant la plage de 0 à 14.

6.7 Bain à ultrasons dont la température est réglable, adapté pour une utilisation à environ 60 °C.

6.8 Centrifugeuse.

6.9 Agitateur mécanique horizontal.

NOTE Un agitateur horizontal, avec une fréquence minimale de 5 s⁻¹ et une amplitude d'agitation de 2 cm à 5 cm, s'est révélé approprié.

6.10 Fioles jaugées, de 10 ml à 500 ml en fonction des besoins.

7 Préparation de l'éprouvette

L'éprouvette 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.

NOTE 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 — Comme le tétraéthylborate de sodium est sensible à l'air et peut s'enflammer spontanément en présence de l'air, la solution doit être préparée sous une hotte de grand volume. 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 de la solution de tétraéthylborate de sodium

Peser environ 2 g de tétraéthylborate de sodium (5.4) dans une fiole jaugée de 10 ml (6.10) et compléter au volume avec du tétrahydrofurane (5.5).

Cette solution est stable pendant environ trois mois si elle est conservée sous gaz inerte (5.11).

NOTE Des solutions pré-pesées de tétraéthylborate de sodium ou des solutions commerciales sont disponibles sur le marché.

8.3 Préparation des solutions d'étalonnage

8.3.1 Généralités

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

EXEMPLE 1 Avec le dichlorure de dibutylétain, Bu_2SnCl_2 (dichlorure de dibutylétain) est la forme chlorure et Bu_2Sn^{2+} est la forme cation.

Le [Tableau 2](#) indique la quantité de chlorure de composé organostannique et le facteur de pondération pour recalculer les cations organostanniques (pour une forme chlorure pure à 100 %).

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

Composé	Facteur de pondération	Quantité de chlorure de composé organostannique requise pour obtenir une solution de 1 000 mg/l de cations organostanniques (dans une fiole de 100 ml) mg
Composés cibles		
Trichlorure de méthylétain	0,557	179,5
Trichlorure de n-butylétain	0,623	160,5
Trichlorure de n-octylétain	0,686	145,8
Trichlorure de phénylétain	0,648	154,3
Dichlorure de diméthylétain	0,677	147,7
Dichlorure de di-n-propylétain	0,742	134,8
Dichlorure de di-n-butylétain	0,767	130,4
Dichlorure de di-n-octylétain	0,830	120,5
Dichlorure de diphenylétain	0,793	126,1
Chlorure de triméthylétain	0,821	121,8
Chlorure de tri-n-propylétain	0,875	114,3
Chlorure de tri-n-butylétain	0,891	112,2
Chlorure de tri-n-octylétain	0,927	107,9
Chlorure de triphénylétain	0,908	110,1
Chlorure de tricyclohexylétain	0,912	109,6
Tétra-n-éthylétain ^a	1,000	100,0
Tétra-n-butylétain ^a	1,000	100,0
Étalons internes		
Trichlorure de n-heptylétain	0,672	148,8
Dichlorure de di-n-heptylétain	0,817	122,4
Chlorure de tri-n-pentylétain	0,906	110,4
Tétra-n-propylétain ^a	1,000	100,0

^a Ces composés ne contiennent aucun chlorure et le facteur de pondération est donc de 1,000.

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

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

où

ρ_{Sn} est la concentration massique du cation organostannique (mg/l);

ρ_{Cl} est la concentration massique du chlorure organostannique (mg/l);

W_F est le facteur de pondération.

EXEMPLE 2 En pesant 160,5 mg de trichlorure de monobutylétain (BuSnCl_3) dans 100 ml de solvant, on obtient une solution de 1 605 mg/l de trichlorure de monobutylétain, ce qui correspond à une concentration massique de: $1\,605 \times 0,623 = 1\,000$ mg/l de cation monobutylétain (BuSn^{3+}).

EXEMPLE 3 En pesant 110,4 mg de dichlorure de dioctylétain [$(\text{C}_8\text{H}_{17})_2\text{SnCl}_2$] dans 100 ml de solvant, on obtient une solution de 1 104 mg/l de dichlorure de dioctylétain, ce qui correspond à une concentration massique de: $1\,104 \times 0,830 = 916$ mg/l de cation dioctylétain [$(\text{C}_8\text{H}_{17})_2\text{Sn}^{2+}$].