
**Textiles — Détermination de certains
composés benzotriazole**

Textiles — Determination of certain benzotriazole compounds

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 24040:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d5cc1385-97ad-423e-a4e9-6313b64fc36e/iso-24040-2022>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 24040:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d5cc1385-97ad-423e-a4e9-6313b64fc36e/iso-24040-2022>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2022

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
Web: 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	1
6 Appareillage	2
7 Mode opératoire	3
7.1 Préparation des solutions d'étalonnage	3
7.1.1 Préparation des solutions mères étalons	3
7.1.2 Préparation des solutions d'étalonnage	3
7.2 Préparation de l'éprouvette	3
7.3 Mode opératoire d'extraction	3
8 Détermination chromatographique	3
9 Calcul	4
10 Rapport d'essai	4
Annexe A (informative) Paramètres d'essai par LC-MS/MS	5
Annexe B (informative) Paramètres d'essai par LC-DAD	8
Annexe C (informative) Paramètres d'essai par GC-MS	10

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d5cc1385-97ad-423e-a4e9-6313b64fc36e/iso-24040-2022>

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 www.iso.org/avant-propos.

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.

Introduction

Les composés benzotriazole, qui possèdent un groupe phénolique attaché à une structure benzotriazole, peuvent absorber le spectre complet de lumière UV et sont principalement utilisés comme stabilisant UV pour les polymères tels que les textiles, les plastiques, les polyuréthanes et les constituants des formulations utilisées pour les revêtements de surfaces comme les vêtements de protection contre le soleil et les parasols. Certains composés benzotriazole, notamment UV-320, UV-327, UV-328 et UV-350, sont toxiques. Les composés UV-320 et UV-328 ont été identifiés comme des substances persistantes, bioaccumulables et toxiques (PBT), tandis que les composés UV-327 et UV-350 ont été identifiés comme des substances très persistantes et très bioaccumulables (vPvB, acronyme issu de l'anglais *very Persistent and very Bio-accumulative*).

L'exposition humaine à certains composés benzotriazole peut se produire de plusieurs manières, par exemple par contact cutané. Une série d'études a montré l'occurrence de certains composés benzotriazole dans l'environnement aquatique, terrestre et atmosphérique et faisant suite à des activités anthropogéniques. Étant donné leur toxicité sur plusieurs espèces animales, la réduction au minimum de l'exposition à certains composés benzotriazole est reconnue comme importante pour la préservation de la santé humaine. Le présent document fournit une méthode de détermination de certains composés benzotriazole, notamment UV-320, UV-327, UV-328 et UV-350, dans les textiles.

La méthode décrite dans le présent document repose sur l'utilisation de la chromatographie en phase liquide/spectrométrie de masse en tandem (LC-MS/MS), de la chromatographie en phase liquide/détecteur à barrettes de diodes (LC-DAD) ou de la chromatographie en phase gazeuse avec spectrométrie de masse (GC-MS) pour les matériaux textiles (fibres et étoffes). D'autres investigations concernant le rendement d'extraction des solvants sont nécessaires en ce qui concerne les accessoires (par exemple, boutons en plastique) sur les produits textiles.

[ISO 24040:2022](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d5cc1385-97ad-423e-a4e9-6313b64fc36e/iso-24040-2022)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d5cc1385-97ad-423e-a4e9-6313b64fc36e/iso-24040-2022>

Textiles — Détermination de certains composés benzotriazole

AVERTISSEMENT — Le présent document implique l'usage de substances et/ou la mise en œuvre de modes opératoires qui peuvent être nocifs pour la santé si des précautions adéquates 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 et de sécurité. L'exécution de ses dispositions est confiée à des personnes suffisamment qualifiées et expérimentées.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode permettant de déterminer la quantité de certains composés benzotriazole (UV-320, UV-327, UV-328, UV-350) dans les textiles par chromatographie en phase liquide/spectrométrie de masse en tandem (LC-MS/MS), par chromatographie en phase liquide/détecteur à barrettes de diodes (LC-DAD) ou par chromatographie en phase gazeuse avec spectrométrie de masse (GC-MS).

La méthode est applicable à tous les types de matériaux textiles (fibres et étoffes).

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*

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 <https://www.electropedia.org/>

4 Principe

Extraire les composés benzotriazole de l'éprouvette textile en utilisant un générateur d'ultrasons avec de l'acétonitrile. Déterminer et identifier les composés benzotriazole dans l'éprouvette par chromatographie en phase liquide/spectrométrie de masse en tandem (LC-MS/MS), par chromatographie en phase liquide/détecteur à barrettes de diodes (LC-DAD) ou par chromatographie en phase gazeuse avec spectrométrie de masse (GC-MS).

5 Réactifs

Sauf spécification contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

- 5.1 **2-(3-sec-butyl-5-tert-butyl-2-hydroxyphényl) benzotriazole (UV-350)**, n° CAS 36437-37-3.
- 5.2 **2-(3,5-di-tert-butyl-2-hydroxyphényl) benzotriazole (UV-320)**, n° CAS 3846-71-7.
- 5.3 **2-(3,5-di-tert-amyl-2-hydroxyphényl) benzotriazole (UV-328)**, n° CAS 25973-55-1.
- 5.4 **2-(3,5-di-tert-butyl-2-hydroxyphényl)-5-chlorobenzotriazole (UV-327)**, n° CAS 3864-99-1.
- 5.5 **Méthanol**, de qualité pour LC ou LC-MS.
- 5.6 **Acétonitrile**, de qualité pour LC.
- 5.7 **Formiate d'ammonium**, d'une pureté supérieure ou égale à 97,0 % (fraction massique).
- 5.8 **Formiate d'ammonium à 0,01 mol/l**, 0,64 g de formiate d'ammonium (5.7) dissous dans 1 000 ml d'eau.
- 5.9 **Eau de qualité 2**, conformément à l'ISO 3696.

6 Appareillage

- 6.1 **Balance analytique**, avec une résolution de 0,000 1 g et 0,01 g.
- 6.2 **Fioles jaugées calibrées**, d'une contenance de 25 ml.
- 6.3 **Flacons en verre, d'environ 25 ml**, avec bouchon étanche.
- 6.4 **Bain à ultrasons**, à environ 60 °C.
- 6.5 **Ballon à fond rond**, de 50 ml.
- 6.6 **Bain d'eau et évaporateur rotatif**.

NOTE D'autres types d'appareils d'évaporation, tels qu'un bain d'eau avec un flux contrôlé d'azote ou d'argon au-dessus du liquide, peuvent être utilisés.
- 6.7 **Membrane filtrante à phase organique**, d'une porosité de 0,22 µm, en PTFE.
- 6.8 **Matériel de chromatographie**
 - 6.8.1 **Chromatographe en phase liquide (LC)**, avec spectromètre de masse en tandem (MS/MS) et électro-ébulisaison (ESI), ou
 - 6.8.2 **Chromatographe en phase liquide (LC)**, avec détecteur à barrettes de diodes (DAD), ou
 - 6.8.3 **Chromatographe en phase gazeuse (GC)**, avec spectromètre de masse (MS).

7 Mode opératoire

7.1 Préparation des solutions d'étalonnage

7.1.1 Préparation des solutions mères étalons

Des solutions mères étalons à 1 000 µg/ml de composés benzotriazole (5.1 à 5.4) sont préparées séparément dans du méthanol (5.5).

EXEMPLE Peser 25,0 mg de chaque composé benzotriazole dans une fiole jaugée de 25 ml (6.2) et la remplir jusqu'au trait avec du méthanol (5.5), puis bien mélanger pour dissoudre complètement la substance.

Les étalons mères peuvent être mélangés. Cela représente un gain de temps et une économie d'efforts lors de la préparation des solutions d'étalonnage.

7.1.2 Préparation des solutions d'étalonnage

À partir des solutions mères étalons, préparer au moins cinq solutions d'étalonnage appropriées afin de tracer la courbe d'étalonnage.

EXEMPLE Des solutions d'étalonnage de 0,5 µg/ml, 0,8 µg/ml, 1 µg/ml, 1,5 µg/ml, 2 µg/ml conviennent pour la LC-MS/MS. Des solutions d'étalonnage de 5 µg/ml, 8 µg/ml, 10 µg/ml, 15 µg/ml, 20 µg/ml conviennent pour la LC-DAD ou la GC-MS.

7.2 Préparation de l'éprouvette

Préparer une éprouvette représentative de l'échantillon. La découper en petits morceaux d'une dimension maximale inférieure à 5 mm et mélanger les morceaux de manière homogène. Peser (1,00 ± 0,01) g de ces morceaux sur une balance (6.1) et les placer dans un flacon en verre pourvu d'un bouchon étanche (6.3).

7.3 Mode opératoire d'extraction

Ajouter 15 ml d'acétonitrile (5.6) et procéder à l'extraction à partir des morceaux à environ 60 °C dans un bain à ultrasons (6.4) pendant (15 ± 1) min. Filtrer et transférer l'extrait dans un ballon à fond rond de 50 ml (6.5). Ajouter 15 ml d'acétonitrile (5.6) au résidu dans le flacon en verre et procéder à l'extraction à partir du résidu à environ 60 °C dans un bain à ultrasons pendant (15 ± 1) min. Filtrer et ajouter l'extrait dans le ballon à fond rond de 50 ml.

L'extrait obtenu est concentré jusqu'à quasi-siccité par l'évaporateur (6.6) dans le bain d'eau à 40 °C, et 2 ml de méthanol (5.5) sont ajoutés pour dissoudre le résidu. Filtrer la solution à travers une membrane filtrante à phase organique (6.7). Le filtrat est prêt pour la détermination des composés benzotriazole.

En parallèle, pratiquer un essai à blanc pour contrôler la contamination.

8 Détermination chromatographique

Doser les composés benzotriazole dans la solution (7.3) par LC-MS/MS, LC-DAD ou GC-MS (6.8).

Des exemples de paramètres d'essai pour LC-MS/MS, LC-DAD et GC-MS sont fournis dans les Annexes A, B et C.

Lorsque le niveau de composés benzotriazole est au-delà de la plage linéaire de réponse du détecteur de l'équipement, il est nécessaire de diluer correctement l'éprouvette liquide.

9 Calcul

Préparer des courbes d'étalonnage incluant la plage de concentration de chacun des composés benzotriazole avec au moins cinq points d'étalonnage. Tracer les courbes d'étalonnage de la réponse en fonction de la concentration des solutions d'étalonnage. Quantifier la concentration de chaque composé benzotriazole à l'aide de la courbe d'étalonnage. La teneur en chaque composé benzotriazole est exprimée par le rapport de la masse de composé benzotriazole sur celle de l'éprouvette en % ou en mg/kg. Calculer le résultat à l'aide de la [Formule \(1\)](#) ou [\(2\)](#).

$$X_i = \frac{(c_i - c_0) \times V}{m \times 10\,000} \quad (1)$$

où

X_i est la teneur en composé benzotriazole i dans l'éprouvette de textile, en %;

C_i est la concentration du composé benzotriazole i dans la solution échantillon, en $\mu\text{g/ml}$;

C_0 est la concentration du composé benzotriazole i dans la solution à blanc, en $\mu\text{g/ml}$;

V est le volume final de solution échantillon, en ml;

m est la masse de l'éprouvette, en g.

$$X_i = \frac{(c_i - c_0) \times V}{m} \quad (2)$$

où

X_i est la teneur en composé benzotriazole i dans l'éprouvette de textile, en mg/kg;

C_i est la concentration du composé benzotriazole i dans la solution échantillon, en $\mu\text{g/ml}$;

C_0 est la concentration du composé benzotriazole i dans la solution à blanc, en $\mu\text{g/ml}$;

V est le volume final de solution échantillon, en ml;

m est la masse de l'éprouvette, en g.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comporter au moins les informations suivantes:

- une référence au présent document, c'est-à-dire ISO 24040:2022;
- la date de l'essai;
- tous les détails nécessaires à l'identification complète de l'échantillon soumis à essai;
- la méthode de détection utilisée: LC-MS/MS, LC-DAD ou GC-MS;
- la teneur en chaque composé benzotriazole;
- tout écart par rapport au mode opératoire spécifié.