
**Chaussures — Substances critiques
potentiellement présentes dans
les chaussures et les composants
de chaussures — Méthode d'essai
pour déterminer quantitativement
le diméthylformamide dans les
matériaux de chaussures**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Footwear — Critical substances potentially present in footwear and
footwear components — Test method to quantitatively determine
dimethylformamide in footwear materials*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1f2f323-935a-463b-ac57-08ba1a15160f/iso-16189-2021>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16189:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1f2f323-935a-463b-ac57-08ba1a15160f/iso-16189-2021>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

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
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactifs	1
6 Appareillage	2
7 Préparation de l'échantillon	3
7.1 Échantillonnage	3
7.2 Extraction	3
8 Détermination par CG-SM	3
8.1 Solution d'étalonnage	3
8.2 Exemple de méthode instrumentale	3
9 Expression des résultat - Courbe d'étalonnage	4
10 Performance de la méthode	4
11 Rapport d'essai	4
Annexe A (informative) Paramètres recommandés pour la détermination par CG-SM du DMF	5
Bibliographie	6

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16189:2021
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1f2f323-935a-463b-ac57-08ba1a15160f/iso-16189-2021>

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 216, *Chaussure*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 309, *Chaussure*, du Comité européen de normalisation (CEN) conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette première édition de l'ISO 16189 annule et remplace l'ISO/TS 16189:2013, qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- mise à jour de [5.4](#);
- mise à jour de [5.5](#);
- [7.1](#): nouvelle taille des pièces découpées.

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.

Chaussures — Substances critiques potentiellement présentes dans les chaussures et les composants de chaussures — Méthode d'essai pour déterminer quantitativement le diméthylformamide dans les matériaux de chaussures

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode pour déterminer la quantité de diméthylformamide (DMF) dans les chaussures et les composants de chaussures contenant un matériau enduit de polyuréthane (PU).

NOTE 1 Dans l'industrie de la chaussure, lorsque du PU est injecté (moulage par réaction), ce procédé ne nécessite pas l'emploi de DMF. Pour les matériaux enduits de PU, l'utilisation de DMF est possible.

NOTE 2 Plusieurs abréviations peuvent être utilisées pour désigner le diméthylformamide: DMF, DMFa, DMFo. Le présent document utilise l'abréviation DMF.

Le Tableau 1 de l'ISO/TR 16178:2021 définit les matériaux qui sont concernés par cette détermination.

2 Références normatives (standards.iteh.ai)

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

4 Principe

L'échantillon est découpé en petits morceaux et extrait au méthanol dans un flacon scellé hermétiquement placé dans un bain à ultrasons à 70 °C pendant 1 h. Une partie aliquote est ensuite analysée par un chromatographe en phase gazeuse à détecteur sélectif de masse.

5 Réactifs

Sauf indication contraire, les produits chimiques utilisés doivent être de qualité analytique.

5.1 Diméthylformamide (DMF), numéro de registre CAS®¹⁾ 68-12-2, étalon de la plus grande pureté disponible.

5.2 Diméthylformamide-d7 (DMF-d7), NR CAS® 4472-41-7, étalon de la plus grande pureté disponible.

5.3 Méthanol, NR CAS® 67-56-1.

5.4 Solutions d'étalon interne

5.4.1 Étalon interne – solution mère (1 000 mg/l)

Peser 10 mg de DMF-d7 (5.2) avec une exactitude de 0,1 mg dans une fiole jaugée de 10 ml et compléter au volume avec du méthanol. Transférer le contenu dans un flacon ambré de 10 ml à robinet d'arrêt en PTFE. La solution mère doit être conservée dans un réfrigérateur à environ 4 °C.

5.4.2 Étalon interne – solution préparée (200 mg/l)

Préparer la solution par une dilution 1:5 de la solution mère (5.4.1) avec du méthanol (5.3). Cette solution doit être conservée dans un réfrigérateur à environ 4 °C.

5.5 Solutions de composés cibles

5.5.1 Composé cible – solution mère (1 000 mg/l)

Peser 10 mg de DMF (5.1) avec une exactitude de 0,1 mg dans une fiole jaugée de 10 ml et compléter au volume avec du méthanol. Transférer le contenu dans un flacon ambré de 10 ml à robinet d'arrêt en PTFE. Cette solution doit être conservée dans un réfrigérateur à environ 4 °C.

5.5.2 Composé cible – solution préparée (200 mg/l)

Préparer la solution par une dilution 1:5 de la solution mère (5.5.1) avec du méthanol (5.3). Cette solution doit être conservée dans un réfrigérateur à environ 4 °C.

6 Appareillage

Matériel de laboratoire courant et verrerie de laboratoire ambrée conformes à l'ISO 4787, avec en plus:

6.1 Balance analytique, permettant de peser à 0,1 mg près.

6.2 Flacon en verre muni d'un bouchon à vis pouvant être scellé hermétiquement (par exemple d'un volume de 20 ml).

6.3 Bain à ultrasons dont la température est réglable à (70 ± 5) °C.

6.4 Filtre à membrane en PTFE, d'une porosité de 0,45 µm.

6.5 Flacons de CG avec septum (par exemple d'un volume de 2 ml).

1) Numéro de registre CAS® (NR CAS®) est une marque commerciale de CAS Corporation. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve l'emploi du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils aboutissent aux mêmes résultats.

6.6 Flacons en verre ambré munis d'un bouchon à vis pouvant être scellé hermétiquement (par exemple d'un volume de 10 ml).

6.7 Chromatographe en phase gazeuse à détecteur sélectif de masse (CG-SM).

7 Préparation de l'échantillon

7.1 Échantillonnage

Découper les échantillons de matériaux enduits de PU en morceaux dont la longueur des côtés est comprise entre environ 3 mm et 5 mm.

NOTE Jusqu'à trois éprouvettes (de même masse) correspondant à la même classification de matériau (voir l'ISO 21061) peuvent être soumises à l'essai en prenant en considération les limites de détection et de quantification.

7.2 Extraction

Peser ($1,00 \pm 0,10$) g d'échantillon sur la balance analytique (6.1) dans un flacon en verre (6.2), noter la masse à 1 mg près, ajouter 1 ml de la solution préparée d'étalon interne (5.4.2) et 9 ml de méthanol (5.3), puis sceller le flacon.

Extraire l'échantillon à (70 ± 5) °C pendant (60 ± 5) min dans un bain à ultrasons (6.3).

Après refroidissement à la température ambiante, filtrer la solution (si nécessaire) au moyen d'un filtre à membrane en PTFE (6.4).

Transférer une partie aliquote de l'extrait dans un flacon pour CG-SM (6.5) scellé par un bouchon en PTFE.

ISO 16189:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1f2f323-935a-463b-ac57-08ba1a15160f/iso-16189-2021>

8 Détermination par CG-SM

8.1 Solution d'étalonnage

Utiliser au moins 4 points d'étalonnage pour établir la courbe d'étalonnage. Des exemples de solutions d'étalonnage sont donnés dans le [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Exemples de solutions d'étalonnage

Étalon	L1	L2	L3	L4	L5	L6
Volume de solution préparée du composé cible (5.5.2)	25 µl	50 µl	100 µl	250 µl	500 µl	1 000 µl
Concentration du composé cible dans les solutions d'étalonnage (mg/l)	0,5	1	2	5	10	20
Volume de solution préparée d'étalon interne au méthanol (5.4.2)	1 000 µl	1 000 µl	1 000 µl	1 000 µl	1 000 µl	1 000 µl
Concentration de l'étalon interne (mg/l)	20	20	20	20	20	20
Complété jusqu'au trait de 10 ml avec du méthanol.						

8.2 Exemple de méthode instrumentale

Des exemples sont fournis dans l'[Annexe A](#).

9 Expression des résultat - Courbe d'étalonnage

Établir une fonction de régression linéaire en utilisant les rapports (A_e/A_{is}) et (C_e/C_{is}) à l'aide de la formule suivante:

$$\frac{A_e}{A_{is}} = a \times \frac{C_e}{C_{is}} + b$$

La teneur en DMF est calculée comme suit, sous forme de fraction massique w , en mg/kg:

$$w = (V / m) \times \left(\frac{A_{ech}}{A_{is}} - b \right) \times C_{is}$$

où

- V est le volume de solvant utilisé pour l'extraction (ml) (dans la plupart des cas, cette valeur est égale à 10 ml);
- m est la masse de l'échantillon (g);
- A_e est l'aire de pic du diméthylformamide dans la solution d'étalonnage;
- A_{ech} est l'aire de pic du diméthylformamide dans l'échantillon;
- A_{is} est l'aire de pic du diméthylformamide-d7 dans l'échantillon;
- C_e est la concentration du diméthylformamide dans la solution d'étalonnage, en microgrammes par litre;
- C_{is} est la concentration du diméthylformamide-d7 dans l'échantillon, en microgrammes par litre;
- a est la pente de la fonction linéaire;
- b est l'ordonnée à l'origine de la courbe d'étalonnage. Les unités dépendent de l'évaluation.

10 Performance de la méthode

Cette méthode permet de détecter le DMF avec une limite de quantification de 5 mg/kg ou moins dans les matériaux enduits de PU.

11 Rapport d'essai

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

- a) une référence au présent document, à savoir l'ISO 16189:2021;
- b) la date de l'essai;
- c) tous les détails nécessaires à l'identification complète de l'échantillon soumis à essai;
- d) les conditions de réception et de stockage de l'échantillon avant l'essai;
- e) la quantité déterminée de diméthylformamide extrait, en mg/kg;
- f) tout écart par rapport au mode opératoire indiqué.

Annexe A (informative)

Paramètres recommandés pour la détermination par CG-SM du DMF

A.1 Méthode de mesure

A.1.1 Paramètre de mesure

Le DMF est analysé par chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse au moyen d'un spectromètre de masse à simple quadripôle en mode SIM/SCAN simultané.

A.1.2 Conditions chromatographiques

Colonne:

Phase stationnaire polaire à base de polyéthylène glycol

Longueur:

30 m **STANDARD PREVIEW**

Diamètre intérieur:

250 µm **(standards.iteh.ai)**

Épaisseur de film:

0,5 µm

[ISO 16189:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1f2f323-935a-463b-ac57-08ba1a15160f/iso-16189-2021)

Gaz vecteur: hélium

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1f2f323-935a-463b-ac57-08ba1a15160f/iso-16189-2021>

Four:

60 °C pendant 2 min

Jusqu'à 230 °C à 15 °C/min

230 °C pendant 4 min

Injecteur: 230 °C en mode splitless avec un volume d'injection de 1 µl

A.1.3 Conditions de détection

Ligne de transfert: 240 °C

Le spectromètre de masse à simple quadripôle fonctionne en mode SIM/SCAN simultané.

La plage de balayage de la masse (SCAN) est comprise entre 40 m/z et 200 m/z.

Le mode SIM détecte les ions suivants:

Composés	Ions
DMF	73 (quantifiant)
	44 (qualifiant)
DMF-d7	80 (quantifiant)
	50 (qualifiant)

Bibliographie

- [1] EN 17131, *Textiles et produits textiles — Détermination du diméthylformamide (DMF), méthode par chromatographie en phase gazeuse*
- [2] EN 16778, *Gants de protection — Détermination de la teneur en diméthylformamide dans les gants*
- [3] ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*
- [4] ISO 21061, *Chaussures — Essais chimiques — Principes généraux relatifs à la préparation des échantillons*
- [5] ISO/TR 16178:2021, *Chaussures — Substances critiques potentiellement présentes dans la chaussure et les composants de chaussures — Listes des substances chimiques critiques*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 16189:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1f2f323-935a-463b-ac57-08ba1a15160f/iso-16189-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1f2f323-935a-463b-ac57-08ba1a15160f/iso-16189-2021>