

PROJET
FINAL

NORME
INTERNATIONALE

ISO/FDIS
16190

ISO/TC 216

Secrétariat: UNE

Début de vote:
2021-08-11

Vote clos le:
2021-10-06

**Chaussures — Substances critiques
potentiellement présentes dans
les chaussures et les composants
de chaussures — Méthode d'essai
pour déterminer quantitativement
les hydrocarbures aromatiques
polycycliques (HAP) dans les
matériaux de chaussures**

Footwear — Critical substances potentially present in footwear and footwear components — Test method to quantitatively determine polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in footwear materials

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.

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.

TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN



Numéro de référence
ISO/FDIS 16190:2021(F)

© ISO 2021

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 16190

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/21024cc5-b510-48ef-841f-241a1c340654/iso-fdis-16190>



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
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactifs	1
6 Appareillage	5
7 Préparation de l'échantillon	5
8 Mode opératoire	5
8.1 Extraction.....	5
8.2 Facultatif: purification par extraction en phase solide (SPE).....	6
8.3 Détermination par CG-SM ou CG-SM/SM.....	6
9 Expression des résultats	6
9.1 Détermination de la teneur en HAP.....	6
9.1.1 Pour chaque HAP.....	6
9.1.2 Lorsqu'une somme de HAP est exigée.....	7
9.2 Performance de la méthode d'essai.....	7
10 Rapport d'essai	7
Annexe A (informative) Exemples de conditions chromatographiques pour CG-SM et CG-SM/SM	8
Bibliographie	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).

L'attention est appelée 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 tenu 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/patents).

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/foreword.html.

Le présent document a été préparé 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 annule et remplace la première édition de la spécification technique (ISO/TS 16190:2013), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- ajout de l'Introduction;
- ajout d'une note dans le Domaine d'application;
- mise à jour des Références normatives;
- nouvelle numérotation et modifications techniques des articles;
- ajout de l'[Annexe A](#).

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/members.html.

Introduction

Certains hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) ont été identifiés comme cancérigènes. Par conséquent, certains pays ont limité leur présence dans les produits tels que les chaussures (par exemple, pour l'Union européenne, avec le Règlement (UE) 2018/1513^[1] de la Commission modifiant le Règlement (CE) n° 1907/2006^[2]).

Les HAP faisant l'objet de restrictions selon le Règlement (CE) n° 1907/2006 sont les suivants: benzo[a]pyrène (BaP), benzo[e]pyrène (BeP), benzo[a]anthracène (BaA), chrysène (CHR), benzo[b]fluoranthène (BbFA), benzo[j]fluoranthène (BjFA), benzo[k]fluoranthène (BkFA) et dibenzo[a,h]anthracène (DBAhA).

D'autres HAP sont soumis à des restrictions par les marques de chaussures qui ont établi des listes de substances restreintes (RSL, sigle issu de l'anglais «Restricted substances lists»).

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 16190](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/21024cc5-b510-48ef-841f-241a1c340654/iso-fdis-16190)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/21024cc5-b510-48ef-841f-241a1c340654/iso-fdis-16190>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 16190

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/21024cc5-b510-48ef-841f-241a1c340654/iso-fdis-16190>

Chaussures — Substances critiques potentiellement présentes dans les chaussures et les composants de chaussures — Méthode d'essai pour déterminer quantitativement les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) dans les matériaux de chaussures

AVERTISSEMENT — Le présent document implique l'utilisation de matériaux dangereux. Ce document ne prétend pas couvrir tous les problèmes environnementaux ou de sécurité liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur du présent document de prendre des mesures appropriées pour garantir la sécurité et la santé du personnel et la protection de l'environnement avant l'application du présent document, et de satisfaire aux exigences pertinentes à cette fin.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode pour déterminer la quantité d'hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) dans les chaussures et les composants de chaussures.

NOTE Une liste des matériaux pertinents peut être consultée dans l'ISO/TR 16178:2012, Tableau 1^[3].

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

4 Principe

L'échantillon d'essai est extrait au toluène à 60 °C dans un bain à ultrasons pendant 1 h. Une partie aliquote est ensuite analysée par un chromatographe en phase gazeuse à détecteur sélectif de masse.

5 Réactifs

AVERTISSEMENT — Le toluène est inflammable. En outre, les HAP sont cancérigènes. Il convient par conséquent de les traiter en prenant en compte les règlements applicables en matière de santé et de sécurité au travail.

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

5.1 **Toluène**, CAS Registry Number¹⁾ 108-88-3.

5.2 **HAP** Les 24 HAP indiqués dans le [Tableau 1](#) ci-après peuvent être pertinents.

Tableau 1 — Liste des HAP pertinents

Composant	CAS Registry Number ¹⁾
Naphtalène	91-20-3
Acénaphtylène	208-96-8
Acénaphène	83-32-9
Fluorène	86-73-7
Anthracène	120-12-7
Phénanthrène	85-01-8
Fluoranthène	206-44-0
Pyrène	129-00-0
1-méthylpyrène	2381-21-7
Cyclopenta(c,d)pyrène	27208-37-3
Benzo[a]anthracène	56-55-3
Chrysène	218-01-9
Benzo[b]fluoranthène	205-99-2
Benzo[j]fluoranthène	205-82-3
Benzo(k)fluoranthène	207-08-9
Benzo[a]pyrène	50-32-8
Benzo[e]pyrène	192-97-2
Benzo[ghi]pérylène	191-24-2
Indéno[1,2,3-cd]pyrène	193-39-5
Dibenzo(a,h)anthracène	53-70-3
Dibenzo[a,l]pyrène	191-30-0
Dibenzo[a,e]pyrène	192-65-4
Dibenzo[a,i]pyrène	189-55-9
Dibenzo[a,h]pyrène	189-64-0

5.3 Solution(s) étalon(s) de HAP (100 µg/ml)

Selon les tâches à accomplir, le laboratoire doit décider quels HAP mentionnés dans le [Tableau A.1](#) il est nécessaire de déterminer. En fonction des choix effectués, les solutions mères étalons de chaque HAP (c = 100 µg/ml pour chaque HAP) doivent être obtenues soit sous forme de mélanges certifiés disponibles dans le commerce, soit sous forme de composants individuels en solution.

5.4 HAP cibles — Solution mère 1 (5 µg/ml)

Verser 9 ml de toluène ([5.1](#)) dans une fiole jaugée ambrée de 10 ml ([6.6](#)), ajouter 500 µl de solution mère de HAP ([5.3](#)), puis compléter jusqu'au trait d'étalonnage avec du toluène ([5.1](#)).

1) CAS Registry Number® (CAS RN®) est une marque déposée 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.

5.5 HAP cibles — Solution mère 2 (0,5 µg/ml)

Verser 8 ml de toluène (5.1) dans une fiole jaugée ambrée de 10 ml (6.6), ajouter 1 ml de solution mère 1 (5.4), puis compléter jusqu'au trait d'étalonnage avec du toluène (5.1).

5.6 Solution(s) d'étalon(s) interne(s) (100 µg/ml)

5.6.1 Généralités

Les étalons internes suivants doivent être utilisés soit sous forme de mélanges certifiés disponibles dans le commerce, soit sous forme de composants individuels en solution.

5.6.1.1 Naphtalène-d8, CAS RN^{®1} 1146-65-2.

5.6.1.2 Pyrène-d10, CAS RN^{®1} 81103-79-9.

5.6.1.3 Pyrène-d10, CAS RN^{®1} 1718-52-1.

5.6.1.4 Chrysène-d12, CAS RN^{®1} 1719-03-5.

5.6.1.5 Benzo[a]pyrène-d10, CAS RN^{®1} 63466-71-7.

5.6.1.6 Benzo[ghi]pérylène-d12, CAS RN^{®1} 93951-66-7.

5.6.1.7 Dibenz[a,h]anthracène-d14 CAS RN^{®1} 13250-98-1.

5.6.2 Correspondance entre le HAP et l'étalon interne

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/21024cc5-b510-48ef-841f-16190>

Utiliser l'étalon interne indiqué dans le Tableau 2 pour la détermination du HAP correspondant. Le nombre d'étalons internes peut être réduit au minimum à cinq si la validation de la méthode démontre que les taux de récupération du HAP correspondant sont suffisants^[Z].

Tableau 2 — Liste des étalons internes pertinents

Composant	CAS RN ^{®1}	Étalon interne
Naphtalène	91-20-3	Naphtalène-d8 (5.6.1.1)
Acénaphtylène	208-96-8	Pyrène-d10 (5.6.1.3)
Acénaphthène	83-32-9	Pyrène-d10 (5.6.1.3)
Fluorène	86-73-7	Fluorène-d10 (5.6.1.2)
Anthracène	120-12-7	Pyrène-d10 (5.6.1.3)
Phénanthrène	85-01-8	Pyrène-d10 (5.6.1.3)
Fluoranthène	206-44-0	Pyrène-d10 (5.6.1.3)
Pyrène	129-00-0	Pyrène-d10 (5.6.1.3)
1-méthylpyrène	2381-21-7	Pyrène-d10 (5.6.1.3)
Benzo[a]anthracène	56-55-3	Chrysène-d12 (5.6.1.4)
Chrysène	218-01-9	Chrysène-d12 (5.6.1.4)
Cyclopenta(c,d)pyrène	27208-37-3	Benzo[a]pyrène-d12 (5.6.1.5)
Benzo[b]fluoranthène	205-99-2	Benzo[a]pyrène-d12 (5.6.1.5)
Benzo[j]fluoranthène	205-82-3	Benzo[a]pyrène-d12 (5.6.1.5)
Benzo(k)fluoranthène	207-08-9	Benzo[a]pyrène-d12 (5.6.1.5)
Benzo[a]pyrène	50-32-8	Benzo[a]pyrène-d12 (5.6.1.5)

Tableau 2 (suite)

Composant	CAS RN ^①	Étalon interne
Benzo[e]pyrène	192-97-2	Benzo[a]pyrène-d12 (5.6.1.5)
Benzo[ghi]pérylène	191-24-2	Benzo[ghi]pérylène-d12 (5.6.1.6)
Indéno[1,2,3-cd]pyrène	193-39-5	Benzo[ghi]pérylène-d12 (5.6.1.6)
Dibenzo(a,h)anthracène	53-70-3	Dibenzo(a,h)anthracène-d14 (5.6.1.7)
Dibenzo[a,l]pyrène	191-30-0	Dibenzo(a,h)anthracène-d14 (5.6.1.7)
Dibenzo[a,e]pyrène	192-65-4	Dibenzo(a,h)anthracène-d14 (5.6.1.7)
Dibenzo[a,i]pyrène	189-55-9	Dibenzo(a,h)anthracène-d14 (5.6.1.7)
Dibenzo[a,h]pyrène	189-64-0	Dibenzo(a,h)anthracène-d14

5.6.3 Étalon interne — Solution mère (100 µg/ml chacune)

Les étalons internes sont disponibles dans le commerce sous forme de solutions certifiées ou peuvent être préparés à partir de composés individuels certifiés.

Pour préparer une solution d'étalon interne, utiliser la balance analytique (6.1) pour peser 10 mg, avec une exactitude de 0,1 mg, de chaque étalon interne sélectionné (5.6.1) dans des fioles jaugées ambrées de 100 ml, puis compléter au volume avec du toluène (5.1).

5.6.4 Étalon interne — Solution de travail (5 µg/ml)

Transférer 0,5 ml de chaque solution mère d'étalon interne (5.6.3) dans une fiole jaugée ambrée de 10 ml, puis compléter au volume avec du toluène (5.1).

5.7 HAP cibles — Solutions d'étalonnage

ISO/FDIS 16190

Préparer au moins quatre solutions d'étalonnage de HAP (voir le Tableau 3), y compris d'étalon interne, dans du toluène, à des concentrations appropriées pour l'analyse. Verser le volume requis de solution(s) mère(s) de HAP (5.3) et 100 µl de solution(s) de travail d'étalon(s) interne(s) (5.6.4) dans une fiole jaugée ambrée de 10 ml (6.6), puis compléter au volume avec du toluène (5.1).

Tableau 3 — Préparation des solutions d'étalonnage appropriées pour CG-SM (exemple)

Concentration de la solution d'étalonnage de HAP	Concentration de la solution d'étalonnage d'étalon interne	Volume de solution de travail de HAP c = 5 µg/ml (5.4)	Volume de la solution de travail 2 de HAP c = 0,5 µg/ml (5.5)	Volume de solution de travail d'étalon interne c = 5 µg/ml (5.6.4)	Capacité de la fiole jaugée (6.6)
(µg/ml)	(µg/ml)	(µl)	(µl)	(µl)	(ml)
0,005	0,050		1 000	100	10
0,025		50			
0,100		200			
0,500		1 000			

5.8 Solution d'extraction avec l'étalon interne (0,050 µg/ml)

Préparer la solution d'extraction à une concentration de l'étalon interne de 0,050 µg/ml en diluant la solution mère d'étalon interne (5.6.2) avec du toluène (5.1) dans une fiole jaugée adaptée. La solution doit être conservée dans un flacon ambré à l'obscurité. Une exposition aux rayons directs du soleil doit être évitée. La solution est stable pendant sept jours.

5.9 Conservation

Toutes les solutions étalons de HAP (5.3), (5.4), (5.5) et les solutions d'étalons internes (5.6.2), (5.6.3) doivent être conservées dans de la verrerie ambrée placée au réfrigérateur à environ (5 ± 3) °C et à l'obscurité.

6 Appareillage

L'appareillage et la verrerie courants de laboratoire conformes à l'ISO 4787 doivent être utilisés, en plus des éléments ci-après.

NOTE Le matériel en plastique peut contenir des traces de HAP.

6.1 Balance analytique, d'une résolution d'au moins 0,1 mg.

6.2 Flacon en verre muni d'un bouchon à vis (par exemple, d'une capacité de 40 ml).

6.3 Bain à ultrasons dont la température est réglable à environ 60 °C.

6.4 Micropipettes, de 50 µl et 100 µl.

6.5 Pipettes, de 0,5 ml à 5 ml.

6.6 Fioles jaugées ambrées (par exemple, d'une capacité de 10 ml).

6.7 Chromatographe en phase gazeuse, couplé à un spectromètre de masse quadripolaire simple (CG-SM) ou à un spectromètre de masse quadripolaire triple (CG-SM/SM).

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

6.9 Flacons de CG ambrés avec septum (par exemple, d'une capacité de 2 ml).

7 Préparation de l'échantillon

L'exposition à la lumière peut modifier la concentration de HAP dans les échantillons. Les échantillons doivent être conservés à l'obscurité entre 18 °C et 25 °C.

Démonter la chaussure et séparer les différents types de matériaux.

Chaque éprouvette doit être constituée d'un seul type de matériau (cuir, textile ou polymère) soumis à l'essai séparément.

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

Chaque type de matériau doit être découpé en morceaux dont la longueur des côtés est comprise entre 3 mm et 5 mm.

8 Mode opératoire

8.1 Extraction

Peser $(0,500 \pm 0,100)$ g de l'échantillon à l'aide d'une balance analytique (6.1) dans un flacon en verre (6.2). Enregistrer la masse à 1 mg près. Ajouter 10 ml de la solution d'extraction avec l'étalon interne (5.7), puis sceller le flacon.