
**Textiles — Détermination de la
teneur en phtalates — Méthode au
tétrahydrofurane**

*Textiles — Determination of the phthalate content —
Tetrahydrofuran method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14389:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aed143bf-e69d-42e0-ba77-7f0fca433b4e/iso-14389-2022>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14389:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aed143bf-e69d-42e0-ba77-7f0fca433b4e/iso-14389-2022>



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	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Réactifs	2
6 Appareillage	3
7 Mode opératoire	3
7.1 Dispositions concernant la contamination croisée	3
7.2 Préparation des solutions étalons	3
7.2.1 Solution d'étalon interne	3
7.2.2 Préparation des solutions mères étalons	3
7.2.3 Préparation des solutions d'étalonnage	4
7.3 Extraction ultrasonique et dosage des phtalates	4
7.3.1 Généralités	4
7.3.2 Préparation de l'éprouvette	4
7.3.3 Mode opératoire d'extraction	5
7.3.4 Dosage des phtalates	5
8 Calcul des résultats	5
8.1 Calcul fondé sur la masse corrigée (par défaut)	5
8.2 Calcul fondé sur la masse totale (le cas échéant)	6
9 Rapport d'essai	6
Annexe A (normative) Calculs	8
Annexe B (informative) Exemple de paramètres d'essai utilisés pour la GC-MS	11
Annexe C (informative) Détermination du pourcentage de PVC par une méthode chimique	13
Annexe D (informative) Données statistiques	16
Bibliographie	23

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

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 14389:2014), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- ajout de l'[Article 2](#) «Références normatives» et renumérotation des articles suivants;
- remplacement de l'étalon interne d'origine (DHP) par du phtalate de benzyle et de 2-éthylhexyle;
- ajout de cinq phtalates détectés (y compris DHP);
- remplacement du terme «matériau plastifié ou assoupli» par «matériau plastifié» en [3.1](#) (anciennement 2.1);
- révision des termes et définitions en [3.2](#) (anciennement 2.2) et en [3.3](#) (anciennement 2.3);
- suppression de la fréquence du bain à ultrasons thermostatique en [6.3](#) (anciennement 5.3);
- suppression de «en double» en [7.3.1](#) (anciennement 6.2.1);
- révision de la température de l'extrait de «(60 ± 5) °C» en «environ 60 °C» en [7.3.3](#) (anciennement 6.2.3);
- révision de la [Formule \(1\)](#) et de la [Formule \(2\)](#) à l'[Article 8](#) (anciennement Article 7);

— ajout d'un exemple de détermination de la masse du composant plastique (revêtement) à 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/fr/members.html.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 14389:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aed143bf-e69d-42e0-ba77-7f0fca433b4e/iso-14389-2022>

Introduction

Le présent document traite d'une méthode de dosage de certains phtalates dans les articles textiles.

Les phtalates sont communément utilisés comme plastifiants dans les polymères. Les phtalates sont un sujet de préoccupation pour les fabricants de textiles et les distributeurs en raison de leur utilisation dans les décorations fantaisies, les supports textiles revêtus, les impressions plastisols, les boutons, etc.

Les phtalates font l'objet de controverses, car des études ont montré qu'à dose élevée beaucoup d'entre eux engendraient une activité hormonale chez les rongeurs et des dégâts sur le foie, les reins, les poumons et le système reproducteur mâle (testicules en gestation).

En raison de leur effet toxicologique potentiel comme perturbateurs endocriniens, certains des phtalates énumérés sont toxiques pour la reproduction. Les phtalates énumérés sont fondés sur ceux qui ont fait l'objet de restrictions dans certaines réglementations (par exemple au sein de l'Union européenne).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14389:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aed143bf-e69d-42e0-ba77-7f0fca433b4e/iso-14389-2022>

Textiles — Détermination de la teneur en phtalates — Méthode au tétrahydrofurane

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. Il a été supposé, lors de la rédaction du présent document, que l'exécution de ses dispositions était confiée à des opérateurs suffisamment qualifiés et expérimentés.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de dosage de phtalates dans les textiles par chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse (GC-MS).

Le présent document s'applique aux produits textiles susceptibles de contenir certains phtalates.

2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

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/>

3.1

matériau plastifié

matière plastique traitée à l'aide de substances chimiques de façon à la rendre plus souple

Note 1 à l'article: Dans le présent document, les substances chimiques sont des phtalates.

EXEMPLE Le revêtement, le liant pour impression pigmentaire, etc. sont des exemples de matière plastique.

3.2

à recouvrement total

fini, revêtu ou imprimé de manière continue

3.3

à recouvrement local

apprêté, revêtu ou imprimé de manière discontinue

3.4

épreuve représentative

épreuve obtenue en mélangeant des morceaux de l'ensemble des différentes parties traitées et des couleurs

4 Principe

Les phtalates sont extraits d'une éprouvette textile par un bain à ultrasons avec du tétrahydrofurane. Étant donné que le polymère plastique est partiellement ou complètement dissous, l'extraction des phtalates est suivie de la précipitation du polymère dissous avec le solvant approprié (acétonitrile, *n*-hexane, etc.). Après centrifugation, un volume approprié de la solution organique est prélevé pour analyse. La chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse (GC-MS) est utilisée pour identifier individuellement les phtalates dans l'éprouvette et pour les quantifier au moyen d'un étalon interne (IS).

5 Réactifs

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

5.1 Tétrahydrofurane (THF), n° CAS[®]¹⁾: 109-99-9.

5.2 Solvants utilisés pour la précipitation. Exemples:

a) **Acétonitrile**, n° CAS[®]: 75-05-8; ou

b) ***n*-Hexane**, n° CAS[®]: 110-54-3.

5.3 La liste des **phtalates** déterminés par la présente méthode est fournie dans le [Tableau 1](#). D'autres phtalates peuvent être analysés par cette méthode si le laboratoire réalise une validation.

Tableau 1 — Liste des phtalates

N°	Substance ^a	Abréviation	NR@ CAS
1	Phtalate de dicyclohexyle	DCHP	84-61-7
2	Phtalate de diisononyle	DINP	28553-12-0 ou 68515-48-0
3	Phtalate de di-(2-éthylhexyle)	DEHP	117-81-7
4	Phtalate de di- <i>n</i> -octyle	DNOP	117-84-0
5	Phtalate de diisodécyle	DIDP	26761-40-0 ou 68515-49-1
6	Phtalate de butyle et de benzyle	BBP	85-68-7
7	Phtalate de dibutyle	DBP	84-74-2
8	Phtalate de diisobutyle	DIBP	84-69-5
9	Phtalate de di- <i>n</i> -pentyle	DPP	131-18-0
10	Acide 1,2-benzènedicarboxylique Esters de dialkyles ramifiés en C ₆₋₈ , riches en C ₇	DIHP	71888-89-6
11	Phtalate de di-(2-méthoxyéthyle)	DMEP	117-82-8
12	Phtalate de diisopentyle	DIPP	605-50-5
13	Phtalate de di- <i>n</i> -hexyle	DNHP	84-75-3
14	Phtalate de <i>n</i> -pentyle et d'iso-pentyle	PIPP	776297-69-9
15	Phtalate de diisohexyle	DIHxP	71850-09-4

^a Tous les étalons de phtalate disponibles dans le commerce ne sont pas de qualité analytique.

5.4 Phtalate de benzyle et de 2-éthylhexyle, n° CAS[®]: 27215-22-1, étalon interne (IS). D'autres étalons internes (par exemple les phtalates deutérés) peuvent être utilisés si le laboratoire réalise une validation.

1) CAS Registry Number[®] est la marque d'un produit distribué par 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 Appareillage

6.1 Chromatographe en phase gazeuse, et spectromètre de masse (GC-MS).

6.2 Flacon, verrerie étanche à sceller avec un septum en PTFE. Des flacons de 40 ml ont été jugés appropriés.

6.3 Bain à ultrasons thermostatique, à chauffage contrôlable pouvant maintenir une température d'environ 60 °C dans le bain d'eau.

6.4 Fioles en verre munies de bouchons en verre. Des fioles en verre de 100 ml ont été jugées appropriées.

6.5 Fioles jaugées calibrées, d'une contenance de 50 ml et 100 ml.

6.6 Dispositif volumétrique, d'une contenance de 10 ml et 20 ml.

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

6.8 Centrifugeuse.

7 Mode opératoire

AVERTISSEMENT — Les vapeurs des solvants organiques sont extrêmement inflammables, en particulier à température élevée. Laisser la verrerie refroidir avant utilisation.

7.1 Dispositions concernant la contamination croisée

La verrerie et/ou l'équipement utilisés doivent être exempts de phtalates afin de limiter le plus possible la contamination croisée. Pour la verrerie déjà utilisée, après lavage, il convient de la rincer à nouveau avec de l'acide nitrique à 0,1 mol/l, de l'eau, puis de l'acétone. Il convient de laisser sécher complètement la verrerie avant utilisation. Pour éviter toute contamination, ne pas utiliser de récipient en plastique (par exemple pour l'eau).

7.2 Préparation des solutions étalons

7.2.1 Solution d'étalon interne

Préparer une solution mère étalon de 1 000 mg/l d'étalon interne dans le solvant utilisé pour la précipitation (5.2) après l'extraction ultrasonique (7.3).

7.2.2 Préparation des solutions mères étalons

Préparer séparément une série de solutions mères étalons individuelles à 1 000 mg/l des différents phtalates (5.3) dans le solvant utilisé pour la précipitation.

Par exemple, peser 50,0 mg d'un phtalate dans une fiole jaugée de 50 ml et la remplir jusqu'au trait avec du solvant utilisé pour la précipitation, puis bien mélanger pour dissoudre complètement la substance.

La plupart des étalons mères peuvent être mélangés. Cela représente un gain de temps et une économie d'efforts lors de la préparation des solutions d'étalonnage. Les composés DINP, DIDP et DIHP ont des pics qui se chevauchent. Il est recommandé de préparer ces solutions mères étalons séparément, car les solutions d'étalonnage correspondantes doivent avoir des concentrations (par exemple 5 fois) plus élevées que pour les autres phtalates du fait de leur nature multi-pics.

7.2.3 Préparation des solutions d'étalonnage

À partir des solutions mères étalons, préparer au moins cinq solutions appropriées d'étalonnage des phtalates (par exemple d'une concentration de 1 mg/l, 3 mg/l, 15 mg/l, 30 mg/l et 90 mg/l comme décrit dans le [Tableau 2](#)), chacune contenant une quantité équivalente de phtalates cibles ([5.3](#)) et une quantité d'étalon interne ([5.4](#)) dans un mélange de tétrahydrofurane et du solvant utilisé pour la précipitation, mélangés en volume selon un rapport de 1:2 (1/3 de tétrahydrofurane pour 2/3 de l'autre solvant), comme indiqué dans le [Tableau 2](#). Il convient que chaque solution d'étalonnage ait une concentration finale en étalon interne de 5 mg/l. Préparer un blanc d'étalonnage. Analyser les solutions d'étalonnage et le blanc d'étalonnage par GC-MS. Analyser qualitativement le résultat pour garantir des temps de rétention adaptés et l'absence de contamination, puis tracer la courbe d'étalonnage.

Tableau 2 — Exemples de solutions d'étalonnage

Points de la préparation	Blanc	L1	L2	L3	L4	L5
Concentration de phtalates (mg/l)	0	1	3	15	30	90
Fiole jaugée (ml)	50	100	100	50	50	50
Volume de la solution mère de phtalates (ml)	/	0,1	0,3	0,75	1,5	4,5
Volume de la solution d'étalons internes (ml)	0,25	0,5	0,5	0,25	0,25	0,25
Compléter jusqu'au trait de jauge	avec un mélange de 1/3 de tétrahydrofurane pour 2/3 de solvant utilisé pour la précipitation					

Si des ions cibles autres que 149 sont utilisés pour la quantification des composés DEHP, DNOP, DINP, DIDP et DIHP, tous les phtalates énumérés peuvent être étalonnés et quantifiés ensemble.

Les ions types de quantification des phtalates sont indiqués dans l'[Annexe B](#).

Le DIDP et le DINP se chevauchant sur le chromatogramme, choisir les ions cibles indiqués à l'[Annexe B](#).

Si la concentration de certains phtalates dans la solution d'extraction d'une éprouvette se situe hors des limites de la courbe d'étalonnage, diluer la solution avec un mélange composé de 1/3 de tétrahydrofurane et de 2/3 du solvant utilisé pour la précipitation contenant 5 mg/l d'étalon interne, afin que les phtalates dans l'échantillon puissent être correctement quantifiés.

NOTE Les solutions mères étalons se conservent entre 0 °C et 4 °C pendant six mois au maximum, et les solutions d'essai entre 0 °C et 4 °C pendant trois mois au maximum ou avant si des problèmes sont détectés lors du contrôle qualité réalisé.

7.3 Extraction ultrasonique et dosage des phtalates

7.3.1 Généralités

L'extraction ultrasonique est réalisée avec du tétrahydrofurane sur des éprouvettes préparées à partir de chaque échantillon de textile; elle est suivie d'une précipitation du composant plastique (partiellement ou complètement) dissous au moyen d'un solvant approprié, d'une centrifugation et du dosage des phtalates. Un blanc est utilisé en parallèle pour éviter les erreurs dues à la contamination par l'environnement du laboratoire.

NOTE Par exemple, le polychlorure de vinyle (PVC) est complètement dissous dans le tétrahydrofurane.

7.3.2 Préparation de l'éprouvette

Une éprouvette représentative doit être préparée en mélangeant des morceaux découpés dans chaque zone revêtue/partie de l'échantillon de textile (voir l'[Annexe A](#) pour plus d'informations sur les types de revêtements). Découper l'éprouvette représentative en petits morceaux (moins de 5 mm sur le plus grand côté), homogénéiser et peser (0,30 ± 0,01) g de ces morceaux dans le flacon ([6.2](#)).

Au moyen d'un dispositif volumétrique (6.6) approprié, ajouter dans le flacon 10 ml de tétrahydrofurane (5.1) contenant 5 mg/l d'étalon interne (5.4), et le sceller hermétiquement.

7.3.3 Mode opératoire d'extraction

Placer le flacon dans le bain à ultrasons (6.3) à environ 60 °C pendant 1 h ± 5 min pour permettre l'extraction des phtalates (par dissolution complète ou partielle du polymère). Ensuite, sortir le flacon du bain et le laisser reposer jusqu'à ce que la solution d'extraction refroidisse à température ambiante.

S'assurer que le flacon reste étanche dans le bain à ultrasons (6.3) pendant toute la durée du processus d'extraction.

Au moyen d'un dispositif volumétrique (6.6) approprié, ajouter goutte à goutte dans le flacon 20 ml du solvant utilisé pour la précipitation (5.2) contenant 5 mg/l d'étalon interne.

Agiter vigoureusement le flacon (de préférence avec un agitateur de type vortex) pendant au moins 30 s, puis le laisser reposer pendant (30 ± 2) min pour permettre la précipitation du polymère.

Centrifuger le flacon à au moins 700 g (par exemple 2 500 min⁻¹ pour un rayon de 10 cm) par le centrifugeuse (6.8) pendant au moins 10 min pour ramener tout précipité résiduel du polymère en suspension dans la phase organique vers le fond, afin d'obtenir une solution organique transparente. Ensuite, prélever et transférer une aliquote de la solution organique dans un tube de GC approprié en vue de l'analyse par GC-MS.

ATTENTION — L'injection directe dans le GC-MS d'une solution avec des matières en suspension ou d'une solution trouble pourrait contaminer l'équipement.

Si nécessaire, préparer d'autres solutions diluées avec un volume approprié du mélange de tétrahydrofurane (5.1) et du solvant utilisé pour la précipitation (5.2) mélangés en volume selon un rapport de 1:2 (1/3 de tétrahydrofurane pour 2/3 de l'autre solvant) contenant 5 mg/l d'étalon interne (5.4), puis répéter l'analyse.

7.3.4 Dosage des phtalates

Doser les phtalates extraits en 7.3.3 par GC-MS (6.1).

Un exemple de paramètres utilisés pour l'analyse par GC-MS des phtalates cibles est donné dans l'Annexe B.

Les données statistiques des essais interlaboratoires issus de la première édition sont illustrées dans l'Annexe D.

Dans certains cas, lorsque la teneur en phtalates est très faible, il peut être nécessaire d'augmenter la masse des éprouvettes.

8 Calcul des résultats

8.1 Calcul fondé sur la masse corrigée (par défaut)

Déterminer sur la courbe d'étalonnage la réponse de chaque phtalate, corrigée de l'aire du pic de l'étalon interne, et interpoler la concentration du phtalate, en milligrammes par litre (mg/l), pour tenir compte des dilutions éventuelles. Soustraire la concentration du blanc de la concentration des éprouvettes. Calculer le résultat à l'aide de la Formule (1):

$$w_c = \frac{V \times (b - a) \times F}{m_c \times 10\,000} \quad (1)$$

où

- w_c est le pourcentage de chaque phtalate, fondé sur la masse corrigée de l'éprouvette (%);
- V est égal à 30 ml, soit le volume total de la solution de phtalate avant toute dilution (10 ml de tétrahydrofurane pour l'extraction + 20 ml de solvant pour l'étape de précipitation);
- m_c est la masse corrigée de l'éprouvette (g);
- a est la concentration de chaque phtalate de la solution de blanc (mg/l);
- b est la concentration de chaque phtalate de la solution éprouvette (mg/l);
- F est le facteur de dilution.

La détermination de la masse corrigée de l'éprouvette doit être réalisée conformément à l'[Annexe A](#). Des exemples de calcul sont également fournis. Les matériaux à recouvrement total sont illustrés à la [Figure A.1](#) et ceux à recouvrement local à la [Figure A.2](#).

S'il n'est pas possible d'obtenir la masse corrigée de l'éprouvette, m_c , faire la remarque correspondante dans le rapport d'essai et calculer le résultat comme indiqué en [8.2](#).

8.2 Calcul fondé sur la masse totale (le cas échéant)

S'il n'est pas possible d'obtenir la masse corrigée de l'éprouvette, m_c , conformément à l'[Annexe A](#) et de l'utiliser pour le calcul des résultats, calculer le résultat à l'aide de la [Formule \(2\)](#):

$$w_T = \frac{V \times (b - a) \times F}{m_T \times 10\,000} \quad (2)$$

où

- w_T est le pourcentage de chaque phtalate, fondé sur la masse totale de l'éprouvette (%);
- V est égal à 30 ml, soit le volume total de la solution de phtalate avant toute dilution (10 ml de tétrahydrofurane pour l'extraction + 20 ml de solvant pour l'étape de précipitation);
- m_T est la masse totale de l'éprouvette (g);
- a est la concentration de chaque phtalate de la solution de blanc (mg/l);
- b est la concentration de chaque phtalate de la solution éprouvette (mg/l);
- F est le facteur de dilution.

9 Rapport d'essai

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

- une référence au présent document, c'est-à-dire ISO 14389:2022;
- tous les détails nécessaires à l'identification complète de l'échantillon soumis à essai;
- des détails sur la préparation des éprouvettes;
- la valeur de la masse corrigée, m_c , en grammes ([8.1](#)); le cas échéant, la valeur de la masse totale, m_T , en grammes ([8.2](#));
- les résultats d'essai de chaque phtalate mentionné dans la liste et présent dans le matériau ou le produit textile plastifié, w_c (ou, le cas échéant, w_T), exprimés en pourcentage (%) ou en milligrammes par kilogramme (mg/kg);