

NORME
INTERNATIONALE

ISO
27587

IULTCS/IUC
26

Première édition
2009-10-15

**Cuir — Essais chimiques — Dosage du
formaldéhyde libre dans les auxiliaires de
traitement**

*Leather — Chemical tests — Determination of the free formaldehyde in
process auxiliaries*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 27587:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a439d88c-0886-41d0-87d8-d7db3893f9bd/iso-27587-2009)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a439d88c-0886-41d0-87d8-
d7db3893f9bd/iso-27587-2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a439d88c-0886-41d0-87d8-d7db3893f9bd/iso-27587-2009)



Numéro de référence
ISO 27587:2009(F)
IULTCS/IUC 26:2009(F)

© ISO 2009

PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 27587:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a439d88c-0886-41d0-87d8-d7db3893f9bd/iso-27587-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a439d88c-0886-41d0-87d8-d7db3893f9bd/iso-27587-2009>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2009

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 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	1
6 Appareillage et matériels	2
7 Méthodes	3
7.1 Description du système de préparation des échantillons	3
7.2 Préparation des échantillons	3
8 Conditions de CLHP (recommandations)	4
9 Étalonnage	4
10 Calcul	4
11 Vérification de l'absence de formaldéhyde dans les réactifs	5
12 Contrôle du mode opératoire	5
13 Dosage du formaldéhyde dans les solutions mères	5
14 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Fiabilité de la méthode	7

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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

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 tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 27587/IUC 26 a été élaborée par le comité technique CEN/TC 289, *Cuir*, du Comité européen de normalisation (CEN), en collaboration avec la Commission d'essais chimiques de l'Union internationale des sociétés de techniciens et chimistes du cuir (commission IUC, IULTCS), conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

L'IULTCS est une organisation mondiale de sociétés professionnelles des industries du cuir fondée en 1897 ayant pour mission de favoriser l'avancement des sciences et technologies du cuir. L'IULTCS a trois commissions qui sont responsables de l'établissement des méthodes internationales d'échantillonnage et d'essai des cuirs. L'ISO reconnaît l'IULTCS en tant qu'organisme international à activités normatives pour l'élaboration de méthodes d'essai relatives au cuir.

Cuir — Essais chimiques — Dosage du formaldéhyde libre dans les auxiliaires de traitement

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage du formaldéhyde libre dans les auxiliaires de traitement pour le cuir. Le résultat d'analyse obtenu par ce mode opératoire est exprimé en milligrammes par kilogramme (mg/kg) d'échantillon. La limite supérieure de quantification de la méthode est donnée par la capacité de la cartouche (au total 6 400 µg de carbonyles par cartouche).

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application 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

[ISO 27587:2009](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a439d88c-0886-41d0-87d8->

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

3.1

formaldéhyde libre

formaldéhyde libéré dans des conditions dynamiques lorsque l'échantillon est chauffé dans une atmosphère sèche inerte

4 Principe

L'échantillon est chauffé pendant une période de temps définie en atmosphère inerte. Le formaldéhyde qui se dégage est capturé et dérivé dans une cartouche de dinitrophénylhydrazine (DNPH). L'analyte est élué avec de l'acétonitrile et analysé par chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP) avec détecteur à ultraviolets.

5 Réactifs

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

5.1 Acide sulfurique, 3 mol/l.

5.2 Hydroxyde de sodium, 2 mol/l.

5.3 Thiosulfate de sodium, 0,1 mol/l.

5.4 Solution d'iode, 0,05 mol/l, soit 12,68 g d'iode par litre d'eau.

5.5 Solution d'empois d'amidon, 1 g/100 ml d'eau.

5.6 Solution d'hydrazone de formaldéhyde.

5.7 Solutions étalons. Préparer les solutions par dilution adéquate de la solution d'hydrazone de formaldéhyde (5.6).

5.8 Solution de formaldéhyde, environ 37 % en fraction massique.

5.9 Solution mère de formaldéhyde S1, préparée en transférant à la pipette 5 ml de la solution de formaldéhyde (5.8) dans une fiole jaugée de 1 000 ml et en complétant au trait avec de l'eau distillée.

5.10 Solution de formaldéhyde S2 en dilution convenant au contrôle du mode opératoire [par exemple 2,5 ml de solution mère de formaldéhyde S1 (5.9) dans une fiole jaugée de 100 ml complétée au trait avec de l'eau distillée. Il convient d'adapter la concentration de cette solution de façon à garantir que la teneur en formaldéhyde se situe au milieu de la plage étalonnée].

5.11 Eau distillée, de qualité 2 conformément à l'ISO 3696.

5.12 Cartouches de 2,4-dinitrophénylhydrazine (cartouches de DNPH) appropriées pour fixer au total 6 400 µg de carbonyles par cartouche.

Pour des quantités inférieures de formaldéhyde libre, une cartouche de plus petite capacité peut être employée. Il est recommandé que la cartouche ait un excédent de capacité d'au moins 20 % de plus que la quantité prévue de formaldéhyde.

5.13 Acétonitrile, de qualité CLHP.

5.14 Eau, de qualité CLHP.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6 Appareillage et matériels

ISO 27587:2009

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a439d88c-0886-41d0-87d8-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a439d88c-0886-41d0-87d8-17db38939bd/iso-27587-2009)

[17db38939bd/iso-27587-2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a439d88c-0886-41d0-87d8-17db38939bd/iso-27587-2009)

Un matériel courant de laboratoire est requis et, en particulier, ce qui suit.

6.1 Bain d'huile thermostaté avec mécanisme d'agitation, capable de maintenir une température constante de (90 ± 3) °C. Le bain d'huile doit être suffisamment profond pour permettre d'y plonger le tube en U jusqu'à mi-hauteur des branches latérales.

6.2 Huile de silicone, appropriée pour le bain d'huile (6.1).

6.3 Azote, de pureté 4,6.

6.4 Tube en U, tube rempli de chlorure de calcium, en forme de U, à deux branches de 150 mm de longueur fermées chacune par un robinet d'arrêt.

6.5 Débitmètre.

6.6 Tubes en silicone.

6.7 Filtres seringue, 0,45 µm, avec cellulose régénérée.

6.8 Sable marin, purifié à l'acide et calciné, de qualité pour analyse.

6.9 Graisse pour robinets en polytétrafluoroéthylène (PTFE), exempte de formaldéhyde.

6.10 Système de CLHP avec détecteur UV.

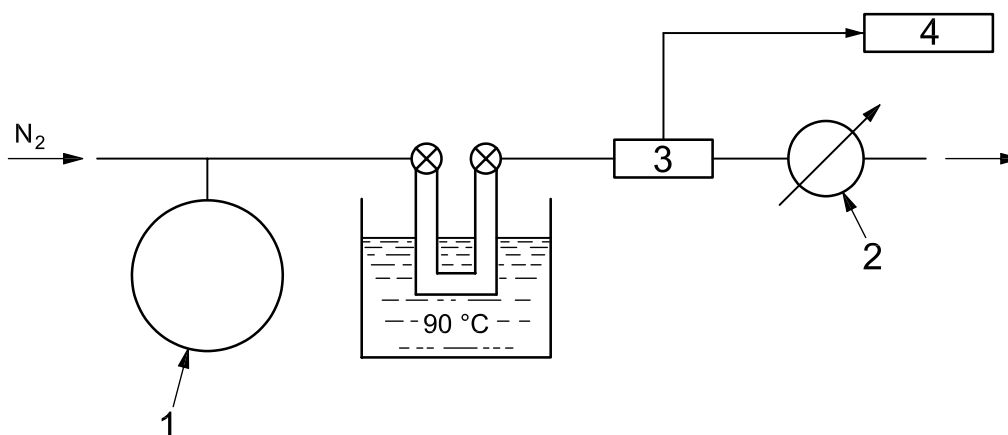
6.11 Colonne CLHP, de type RP-C18.

6.12 Sèche-cheveux.

7 Méthodes

7.1 Description du système de préparation des échantillons

Voir la Figure 1.



Légende

- 1 réservoir de gaz
- 2 débitmètre
- 3 cartouche de DNPH
- 4 CLHP

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Figure 1 — Description schématique du système de préparation des échantillons

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a439d88c-0886-41d0-87d8-d7db3893f9bd/iso-27587-2009>

7.2 Préparation des échantillons

Préparer un système de préparation des échantillons comme décrit en 7.1. Commencer par déconnecter le tube en U (6.4) et la cartouche de DNPH (5.12) du système d'échantillonnage. Toutes les parties du système de préparation des échantillons doivent être sèches avant utilisation.

Purger le système pendant 15 min à l'azote (6.3) à un débit de 500 ml/min. Il est important que l'analyse soit effectuée sous atmosphère inerte. L'étape de purge peut être omise avant toute analyse si les travaux se font sans interruption. Le système d'échantillonnage se trouvant sous légère pression, il convient que tous les robinets d'arrêt soient fermés avec des pinces.

Ajouter 3 g à 4 g de sable marin (6.8) dans le tube en U (6.4), en vérifiant qu'il n'y a pas blocage et que l'azote continue à circuler. Si cela n'est pas le cas, utiliser un tube en U de diamètre supérieur. Peser avec précision 0,5 g à 2 g d'échantillon à 0,001 g près et les verser dans le tube en U. Il peut être nécessaire de réduire la quantité d'échantillon si ce dernier est en phase liquide de façon à réduire la possibilité d'une condensation d'eau susceptible de fausser les résultats.

Appliquer une légère couche de graisse pour robinets (6.9) sur les joints du tube en U. Placer le tube en U dans le système et purger pendant 5 min avec de l'azote (6.3) à un débit de 500 ml/min. Réduire le débit entre 150 ml/min et 350 ml/min. Introduire la cartouche de DNPH (5.12) dans le système et placer le tube en U dans le bain d'huile (6.1) préchauffé à 90 °C. Couvrir avec précaution la cartouche et le tube en U d'une feuille d'aluminium. Durant l'échantillonnage, il peut se révéler nécessaire d'ajuster le débit.

Après 30 min, enlever du bain d'huile le tube en U contenant l'échantillon. Enlever le condensat se trouvant éventuellement du côté cartouche du tube et du bouchon d'arrêt en utilisant un sèche-cheveux (6.12). Cette opération doit être effectuée que l'on observe ou non du condensat à l'œil nu.

Enlever la cartouche de DNPH du système et éluer avec de petites quantités d'acétonitrile (5.13) dans une fiole jaugée de 10 ml. Compléter au volume avec de l'acétonitrile. Mélanger soigneusement la solution en agitant et filtrer une aliquote pour analyse à l'aide d'un filtre seringue (6.7). Analyser le filtrat résultant par CLHP (6.10).

Il est recommandé de retirer les cartouches du réfrigérateur immédiatement avant usage. Des expériences ont montré qu'il convient d'éluer les cartouches dans les trois jours.

8 Conditions de CLHP (recommandations)

Colonne de séparation:	CC 250/4 Nucleosil® 100-5 C18 HD ¹⁾ avec pré-colonne
Débit:	0,8 ml/min
Phase mobile:	Solvant A, eau Solvant B, acétonitrile
Gradient:	55 % B linéaire jusqu'à 95 % B en 20 min
Four de colonne:	30 °C
Détection UV:	360 nm
Volume d'injection:	20 µl

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

9 Étalonnage

L'étalonnage est effectué à l'aide d'un étalon externe dans la plage 0,5 µg/10 ml à 50 µg/10 ml. La plage de travail est limitée par la capacité de la cartouche.

Préparer des dilutions appropriées (dans l'acétonitrile) de la solution d'hydrazone de formaldéhyde (5.6). L'étalonnage doit être réalisé à au moins six niveaux de concentration. L'étalonnage est établi par une courbe donnant l'aire de pic du dérivé du formaldéhyde en fonction de la concentration (µg/10 ml).

10 Calcul

Calculer la teneur en formaldéhyde, w , exprimée en milligrammes par kilogramme (mg/kg) d'échantillon soumis à essai:

$$w = \frac{\rho \cdot F}{m}$$

où

ρ est la concentration de formaldéhyde obtenue sur la courbe d'étalonnage, exprimée en µg/10 ml;

F est le facteur de dilution;

m est la masse de l'échantillon, exprimée en grammes (g).

1) Nucleosil® 100-5 C18 HD est l'appellation commerciale d'un produit fourni par Sorbent Technologies. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

11 Vérification de l'absence de formaldéhyde dans les réactifs

Il convient d'effectuer de façon régulière des analyses à blanc sur chaque lot de réactifs, de phase mobile et de cartouches ou toute autre modification du système.

Il convient que la teneur en formaldéhyde de la solution à blanc se trouve au-dessous de 75 % du niveau d'étalonnage le plus bas (0,5 µg/10 ml).

12 Contrôle du mode opératoire

Introduire 250 µl de la solution de formaldéhyde S2 (5.10) sur le sable marin à l'intérieur du tube en U. Procéder comme décrit en 7.2. Les calculs sont effectués comme décrit à l'Article 10. Un taux de récupération de 90 % au minimum doit être calculé. En cas de détection de niveaux inférieurs, les sources possibles d'erreur doivent être détectées et éliminées avant de procéder aux analyses de routine des échantillons.

13 Dosage du formaldéhyde dans les solutions mères

Verser à la pipette 10 ml de la solution mère de formaldéhyde S1 (5.9) dans une fiole Erlenmeyer de 250 ml et mélanger à 50 ml de solution d'iode (5.4). Ajouter également de l'hydroxyde de sodium (5.2) jusqu'à virage au jaune. Laisser décanter pendant 15 min entre 18 °C et 30 °C puis ajouter 15 ml d'acide sulfurique (5.1) tout en agitant.

Ajouter 2 ml de solution d'empois d'amidon (5.5) et titrer l'iode en excès avec du thiosulfate de sodium (5.3) jusqu'à virage de la couleur. Effectuer trois déterminations. Titrer une solution à blanc de la même manière.

$$\rho_S = \frac{(V_0 - V_1) \cdot c_{Th} \cdot M_{FA}}{2}$$

où

ρ_S est la concentration de la solution mère de formaldéhyde S_1 , en mg/10 ml;

V_0 est le volume de solution de thiosulfate pour titrer la solution à blanc, en ml;

V_1 est le volume de solution de thiosulfate pour titrer la solution d'échantillon, en ml;

c_{Th} est la concentration de la solution de thiosulfate, en mol/l;

M_{FA} est la masse molaire du formaldéhyde, 30,02 g/mol.