

NORME
INTERNATIONALE

ISO
27587

IULTCS
IUC 26

Deuxième édition
2021-02

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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 27587:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4b1d2b51-63bf-4956-84dc-a43eb31c5a6b/iso-27587-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4b1d2b51-63bf-4956-84dc-a43eb31c5a6b/iso-27587-2021>



Numéros de référence
ISO 27587:2021(F)
IULTCS/IUC 26:2021(F)

© ISO 2021

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 27587:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4b1d2b51-63bf-4956-84dc-a43eb31c5a6b/iso-27587-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4b1d2b51-63bf-4956-84dc-a43eb31c5a6b/iso-27587-2021>



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 et matériaux	2
7 Méthodes	3
7.1 Représentation du système de préparation des échantillons.....	3
7.2 Mise en place des conditions initiales.....	4
7.3 Préparation des échantillons.....	4
7.4 Analyse.....	4
8 Conditions de CLHP	5
9 Étalonnage	5
10 Calcul	5
11 Vérification de l'absence de formaldéhyde dans les réactifs	5
12 Contrôle du mode opératoire	6
13 Dosage du formaldéhyde dans la solution S1	6
14 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Fiabilité de la méthode	7
Annexe B (informative) Conditions de CLHP	8

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 la Commission d'essais chimiques de l'Union internationale des sociétés de techniciens et chimistes du cuir (commission IUC, IULTCS), en collaboration avec le comité technique CEN/TC 289, *Cuir*, du Comité européen de normalisation (CEN), dont le secrétariat est tenu par l'UNI, 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.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 27587:2009), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- modification des formulations employées en [5.6](#), [5.7](#), [5.12](#), [7.2](#), [7.3](#), [7.4](#) et à l'[Article 8](#);
- ajout d'une nouvelle [Figure 1](#) et renumérotation de l'ancienne Figure 1 en [Figure 2](#);
- déplacement des conditions de CLHP recommandées, qui figuraient auparavant à l'Article 8, dans une nouvelle [Annexe B](#).

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.

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

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de dosage du formaldéhyde libre, qui est libéré dans des conditions dynamiques lorsque l'échantillon est chauffé dans une atmosphère sèche inerte, présent 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.

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

4 Principe

L'échantillon est chauffé pendant une durée définie en atmosphère inerte. Le formaldéhyde libéré est capturé et dérivé au moyen d'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 (UV) ou détecteur à barrette de diodes (DAD).

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 pour 100 ml d'eau.

5.6 **Formaldéhyde-2,4-DNPH**, étalon analytique.

5.7 Solutions étalons. Préparer les solutions par dilution adéquate de l'étalon analytique de formaldéhyde-2,4-DNPH (5.6).

5.8 Solution de formaldéhyde, fraction massique d'environ 37 %.

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

5.10 Solution 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.

5.11 Solution de formaldéhyde S2, en dilution adaptée pour le contrôle du mode opératoire [par exemple, 2,5 ml de solution de formaldéhyde S1 (5.10) 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].

5.12 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 utilisée.

Pour des quantités supérieures de formaldéhyde libre, augmenter le nombre de cartouches à charger en série.

Il est recommandé que la cartouche dispose d'un excédent de capacité supérieur d'au moins 20 % à la quantité prévue de formaldéhyde.

ISO 27587:2021
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4b1d2b51-63bf-4956-84dc-a43eb31c5a6b/iso-27587-2021>

5.13 Acétonitrile, de qualité CLHP.

5.14 Eau, de qualité CLHP.

6 Appareillage et matériaux

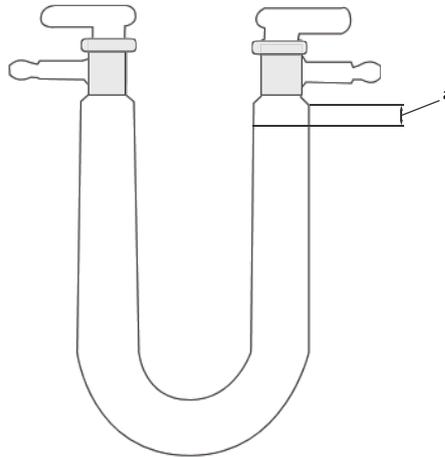
Le matériel courant de laboratoire est requis et, en particulier, ce qui suit.

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 sur la 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 (voir [Figure 1](#)).



^a Niveau A, à 1 cm maximum du robinet d'arrêt.

Figure 1 — Tube en U

6.5 Débitmètre, permettant d'obtenir un débit de gaz constant.

6.6 Tubes en silicone.

6.7 Filtres à seringue, par exemple: 0,45 µm, en 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 ou DAD.

6.11 Colonne CLHP, de type RP-C18.

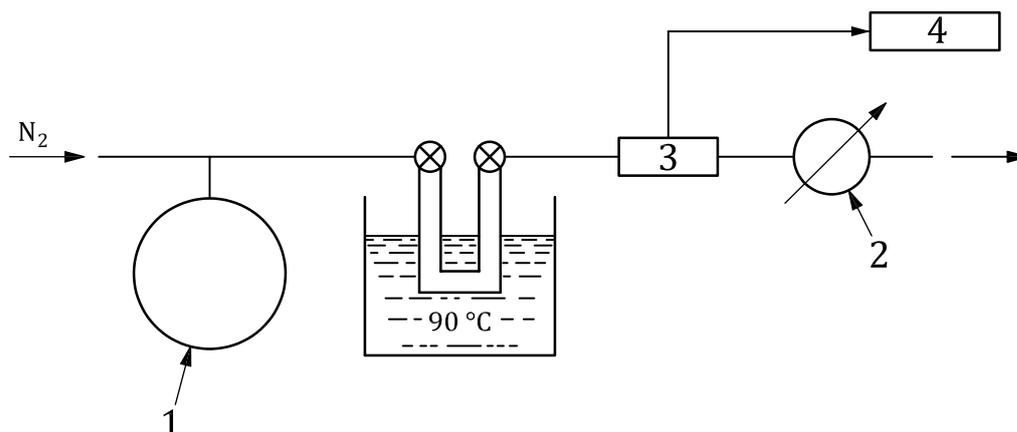
6.12 Sèche-cheveux.

6.13 Fioles jaugées, 10 ml.

7 Méthodes

7.1 Représentation du système de préparation des échantillons

Voir [Figure 2](#).



Légende

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

Figure 2 — Représentation schématique du système de préparation des échantillons

7.2 Mise en place des conditions initiales

Constituer 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. Ajouter 3 g à 4 g de sable marin (6.8) dans le tube en U (6.4), en s'assurant qu'il n'y a pas de blocage et que le flux d'azote continue à circuler. Connecter le tube en U et 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. Le système d'échantillonnage se trouvant sous légère pression, il convient que tous les robinets d'arrêt soient fermés avec des pinces.

7.3 Préparation des échantillons

Peser avec exactitude 0,1 g à 2 g d'échantillon, à 0,001 g près, dans le tube en U. Il peut s'avérer 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. L'échantillon ne doit pas être dilué. Si l'échantillon contient une quantité de formaldéhyde supérieure à 80 % de la capacité de la cartouche, réduire l'échantillon et/ou augmenter le nombre de cartouches à charger en série (voir 5.12). Appliquer une légère couche de graisse pour robinets (6.9) sur les joints du tube en U.

Pour chaque échantillon, rétablir les conditions initiales (7.2).

Dans le cas d'une série d'échantillons similaires (différents lots issus de la même production), le mode opératoire de purge à l'azote peut être réduit à 5 min après le premier échantillon.

7.4 Analyse

Introduire la cartouche de DNPH (5.12), placer le tube en U dans le bain d'huile (6.1) préchauffé à $(90 \pm 3) ^\circ\text{C}$ et contrôler le débit d'azote (350 ml/min à 150 ml/min). Le tube en U et la cartouche doivent être recouverts d'une feuille d'aluminium pour les prémunir contre les pertes de chaleur.

Le tube en U doit être immergé dans le bain d'huile jusqu'au niveau A, tel qu'illustré à la Figure 1. Durant l'échantillonnage, il peut se révéler nécessaire d'ajuster le débit. Contrôler que la température soit toujours de $(90 \pm 3) ^\circ\text{C}$. Après 30 min, retirer le tube en U contenant l'échantillon du bain d'huile. Éliminer 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.

Enlever la cartouche de DNPH du système. Recueillir le contenu de toutes les cartouches dans une seule fiole et l'éluer avec de petites doses d'acétonitrile (5.13) dans une fiole jaugée de 10 ml ou plus, en fonction du nombre de cartouches utilisées. 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 à seringue (6.7). Analyser le filtrat obtenu 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

Divers types d'équipements de chromatographie en phase liquide à haute performance peuvent être utilisés. Des lignes directrices relatives aux conditions chromatographiques de CLHP appropriées pour cette analyse figurent à l'Annexe B.

9 Étalonnage

L'étalonnage est effectué à l'aide d'un étalon externe dans la plage de 0,5 µg/10 ml à 100 µg/10 ml.

Préparer des dilutions appropriées (dans l'acétonitrile) de l'étalon analytique de formaldéhyde-2,4-DNPH (5.6). Dans chacune de six fioles jaugées de 10 ml (6.13), ajouter 2 ml d'acétonitrile (5.13), puis ajouter une quantité de formaldéhyde-DNPH dérivé suffisante pour qu'elles contiennent respectivement 0,5 µg, 2,0 µg, 5,0 µg, 20,0 µg, 50,0 µg et 100,0 µg de formaldéhyde.

Compléter les fioles au trait avec de l'acétonitrile et mélanger. Après 60 min, analyser les échantillons par CLHP après filtration à travers un filtre à membrane (6.7). Effectuer l'étalonnage en traçant une courbe représentant l'aire de pic du dérivé du formaldéhyde en fonction de la concentration en microgrammes par 10 ml.

10 Calcul

Calculer la teneur en formaldéhyde (w), exprimée en milligrammes par kilogramme (mg/kg) d'échantillon soumis à essai, tel qu'indiqué à la Formule (1).

$$w = \frac{\rho \cdot F}{m} \quad (1)$$

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).

La fiabilité de la méthode a été évaluée dans le cadre d'un essai interlaboratoires, dont le rapport figure à l'Annexe A, Tableau A.1.

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 soit inférieure à 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 (5.11) sur le sable marin à l'intérieur du tube en U. Procéder comme décrit en 7.4. 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 la solution S1

Verser à la pipette 10 ml de la solution de formaldéhyde S1 (5.10) 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, tel qu'indiqué à la Formule (2).

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

où

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ρ_S est la concentration de la solution de formaldéhyde S1, 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.

14 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comporter les éléments suivants:

- une référence au présent document (ISO 27587:2021);
- le type, l'origine et la désignation du produit analysé et la méthode d'échantillonnage utilisée;
- le résultat de l'analyse, à savoir la teneur en formaldéhyde libre, exprimée en milligrammes par kilogramme (mg/kg), arrondie à la première décimale;
- tout écart par rapport au mode opératoire d'analyse;
- la date de l'essai.