
Air intérieur —

Partie 3:

**Dosage du formaldéhyde et
d'autres composés carbonylés
dans l'air intérieur et dans l'air des
chambres d'essai — Méthode par
échantillonnage actif**

Indoor air —

*Part 3: Determination of formaldehyde and other carbonyl
compounds in indoor and test chamber air — Active sampling method*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8ebfe99e-ff2c-4a9e-8860-a5bbc7e62d58/iso-16000-3-2022>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16000-3:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8ebfe99e-ff2c-4a9e-8860-a5bbc7e62d58/iso-16000-3-2022>



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	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Principe	2
5 Limites et interférences	2
5.1 Généralités	2
5.2 Interférence due à l'ozone	3
6 Mesures de sécurité	4
7 Appareillage	5
7.1 Échantillonnage	5
7.2 Préparation de l'échantillon	5
7.3 Analyse de l'échantillon	7
8 Réactifs et matériaux	7
9 Préparation des réactifs et des cartouches	8
9.1 Purification de la 2,4-dinitrophénylhydrazine	8
9.2 Préparation du dérivé DNPH-formaldéhyde	9
9.3 Préparation des étalons DNPH-formaldéhyde	9
9.4 Préparation des cartouches de gel de silice imprégnées de DNPH	9
9.4.1 Généralités	9
9.4.2 Solution d'imprégnation de DNPH	10
9.4.3 Imprégnation des cartouches de gel de silice	10
10 Mode opératoire	11
10.1 Prélèvement de l'échantillon	11
10.2 Blancs de procédé	12
10.3 Analyse de l'échantillon	13
10.3.1 Préparation de l'échantillon	13
10.3.2 Désorption de l'échantillon	13
10.3.3 Étalonnage CLHP	13
10.3.4 Analyse CLHP du formaldéhyde	16
10.3.5 Analyse CLHP d'autres aldéhydes et cétones	18
11 Calculs	20
12 Critères de performance et assurance qualité	22
12.1 Généralités	22
12.2 Procédures normalisées d'exploitation (SOP)	22
12.3 Performance du système CLHP	22
12.4 Perte d'échantillon	22
12.5 Plan de mesurage	23
13 Fidélité et incertitude	23
14 Rapport d'essai	23
Annexe A (informative) Points de fusion des dérivés DNPH-carbonylés	25
Annexe B (informative) Fidélité et incertitude	26
Bibliographie	28

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 rédigées 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, de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute autre 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/fr/avant-propos.html.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 146, *Qualité de l'air*, sous-comité SC 6, *Air intérieur*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 16000-3:2011), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- clarification de l'adéquation de la méthode de quantification de l'acroléine.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 16000 se trouve sur le site web de l'ISO.

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.

Introduction

Le présent document est destiné à être utilisé pour caractériser l'air intérieur selon la technique d'échantillonnage spécifiée dans l'ISO 16000-2. Il est applicable au formaldéhyde et à d'autres composés carbonylés. Il a été soumis à essai pour 14 aldéhydes et cétones. Le formaldéhyde est le composé carbonylé le plus simple, avec un atome de carbone, un atome d'oxygène et deux atomes d'hydrogène. Sous sa forme mono-moléculaire, c'est un gaz réactif incolore et âcre. Il est utilisé dans la production de résines, d'adhésifs et de mousses isolantes d'urée formaldéhyde. Les émissions des panneaux de particules (copeaux) et des isolations murales sont les principales sources de formaldéhyde dans l'air intérieur.

Le formaldéhyde est collecté en faisant passer de l'air à travers un milieu réactif qui convertit le composé en un dérivé de pression de vapeur inférieure qui est plus efficacement retenu par l'échantillonneur et peut être aisément analysé. Le présent document permet de doser le formaldéhyde et d'autres composés carbonylés par réaction avec de la 2,4-dinitrophénylhydrazine imprégnée sur un sorbant pour les convertir en leurs hydrazones correspondantes, qui peuvent être récupérées et mesurées avec une haute sensibilité, précision et justesse. Les autres composés carbonylés qui peuvent être émis dans l'air par les solvants, les adhésifs, les produits cosmétiques et d'autres sources peuvent également être déterminés en utilisant le présent document.

Le mode opératoire d'échantillonnage repose sur la méthode TO-11A^[12] de l'Agence américaine de protection de l'environnement (EPA).

Le formaldéhyde et certains autres composés carbonylés ont un fort potentiel toxique^[15].

L'ISO 16017^{[7][8]} et l'ISO 12219^{[2]-[6]} portent plus particulièrement sur les mesurages relatifs aux composés organiques volatils (COV).

Dans le présent document, les noms traditionnels sont utilisés à la place de la nomenclature systématique de l'IUPAC. Quelques noms équivalents sont:

- acétaldéhyde: éthanal;
- acétone: 2-propanone;
- butyraldéhyde: butanal;
- capronaldéhyde: hexanal;
- formaldéhyde: méthanal;
- isovaléraldéhyde: 3-méthylbutanal;
- propionaldéhyde: propanal;
- m-tolualdéhyde: 3-méthylbenzaldéhyde;
- o-tolualdéhyde: 2-méthylbenzaldéhyde;
- p-tolualdéhyde: 4-méthylbenzaldéhyde;
- valéraldéhyde: pentanal.

Air intérieur —

Partie 3:

Dosage du formaldéhyde et d'autres composés carbonylés dans l'air intérieur et dans l'air des chambres d'essai — Méthode par échantillonnage actif

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie un dosage du formaldéhyde (HCHO) et d'autres composés carbonylés (aldéhydes et cétones) dans l'air. La méthode est spécifique au formaldéhyde. Toutefois, si elle est modifiée, au moins 12 autres composés carbonylés aromatiques et aliphatiques saturés et insaturés peuvent être détectés et quantifiés. Elle convient au dosage du formaldéhyde et d'autres composés carbonylés dans la plage de concentration comprise entre environ 1 µg/m³ et 1 mg/m³. La méthode d'échantillonnage fournit un résultat moyen pondéré dans le temps (TWA). Elle peut être utilisée pour l'échantillonnage du formaldéhyde dans l'air à long terme (1 h à 24 h) ou à court terme (5 min à 60 min).

Le présent document spécifie un mode opératoire d'échantillonnage et d'analyse pour le formaldéhyde et d'autres composés carbonylés qui implique un prélèvement de l'air dans des cartouches adsorbantes imprégnées de 2,4-dinitrophénylhydrazine (DNPH) et une analyse ultérieure des hydrazones formées par chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP) avec détection par absorption ultraviolette.^{[12],[16]} La méthode n'est pas adaptée pour les composés carbonylés à plus longues chaînes ou insaturés.

Le présent document s'applique au dosage des composés suivants:

acétaldéhyde	2,5-diméthylbenzaldéhyde	<i>m</i> -tolualdéhyde
acétone	formaldéhyde	<i>o</i> -tolualdéhyde
benzaldéhyde	isovaléraldéhyde	<i>p</i> -tolualdéhyde
butyraldéhyde	propionaldéhyde	valéraldéhyde
capronaldéhyde		

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/IEC 17025, *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

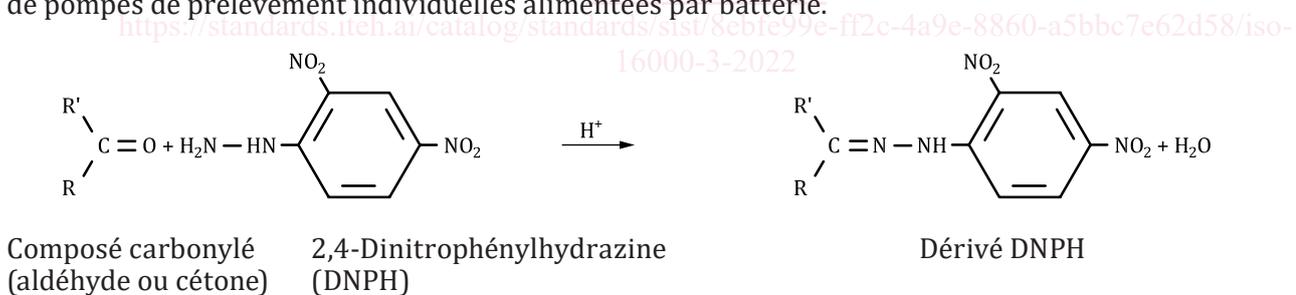
L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- 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

La méthode spécifiée dans le présent document implique l'aspiration d'air dans une cartouche contenant du gel de silice imprégnée de réactif 2,4-dinitrophénylhydrazine (DNPH). Le principe de la méthode repose sur la réaction spécifique d'un groupe carbonyle avec la DNPH en présence d'un acide pour former des dérivés stables selon la réaction indiquée à la [Figure 1](#). Les dérivés DNPH sont analysés en termes de présence d'aldéhydes et de cétones apparentées en utilisant la chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP) avec une détection UV ou une détection à barrette de diodes. La détection a été élargie à d'autres composés carbonylés qui peuvent être dosés comme indiqué en [10.3.5](#).

Le présent document indique à l'utilisateur comment préparer des cartouches d'échantillonnage à partir de cartouches de gel de silice de qualité chromatographique disponibles dans le commerce, par application de DNPH acidifiée sur chaque cartouche. Des cartouches de gel de silice pré-imprégnées de DNPH sont également disponibles et sont recommandées car elles présentent en général une fabrication plus uniforme et possèdent des niveaux de blanc moindres. Cependant, si des cartouches commerciales sont utilisées, elles doivent répondre aux critères de performance du présent document. Un autre avantage des cartouches commerciales est qu'elles sont disponibles avec un gel de silice dont la granulométrie est plus élevée, ce qui entraîne une moindre chute de pression dans la cartouche. Ces cartouches à faible chute de pression peuvent être plus appropriées à l'échantillonnage de l'air au moyen de pompes de prélèvement individuelles alimentées par batterie.



Légende

R, R' H, groupe alkyle, groupe aromatique

Figure 1 — Réaction des composés carbonylés pour former des 2,4-dinitrophénylhydrazones

5 Limites et interférences

5.1 Généralités

Le débit d'échantillonnage spécifié dans le présent document a été validé pour des vitesses d'échantillonnage pouvant atteindre 1,5 l/min. Cette limite de débit est principalement liée à l'importante chute de pression (>8 kPa à 1,0 l/min) dans les cartouches de gel de silice préparées par l'utilisateur, qui possèdent des tailles de particules de 55 µm à 105 µm. Généralement, ces cartouches ne sont pas compatibles avec les pompes alimentées par batterie utilisées dans les équipements d'échantillonnage individuels (par exemple, ceux utilisés par les hygiénistes industriels).

Le mode opératoire d'échantillonnage sur sorbant solide est spécifique à l'échantillonnage et à l'analyse du formaldéhyde. Dans la présente méthode, des interférences sont provoquées par certains aldéhydes ou cétones isomères qui peuvent ne pas être séparés par le système CLHP lors de l'analyse d'autres aldéhydes et cétones. Tous les composés organiques qui ont un même temps de rétention et une même absorbance significative à 360 nm que le dérivé DNPH du formaldéhyde interfèrent. Ces interférences peuvent souvent être supprimées en modifiant les conditions de séparation (par exemple, en utilisant d'autres colonnes CLHP ou d'autres compositions de phase mobile).

La contamination par le formaldéhyde du réactif DNPH est un problème fréquent. La DNPH doit être purifiée par de multiples recristallisations dans de l'acétonitrile (ACN) de qualité UV. La recristallisation est effectuée entre 40 °C et 60 °C, par lente évaporation du solvant, de façon à maximiser la taille des cristaux. Les niveaux d'impureté des composés carbonylés dans la DNPH sont déterminés avant utilisation, par CLHP, et il convient qu'ils soient inférieurs à 0,15 µg par cartouche.

Il convient d'éviter toute exposition à la lumière directe du soleil des cartouches d'échantillonnage imprégnées de DNPH qui peut produire des artéfacts^[17].

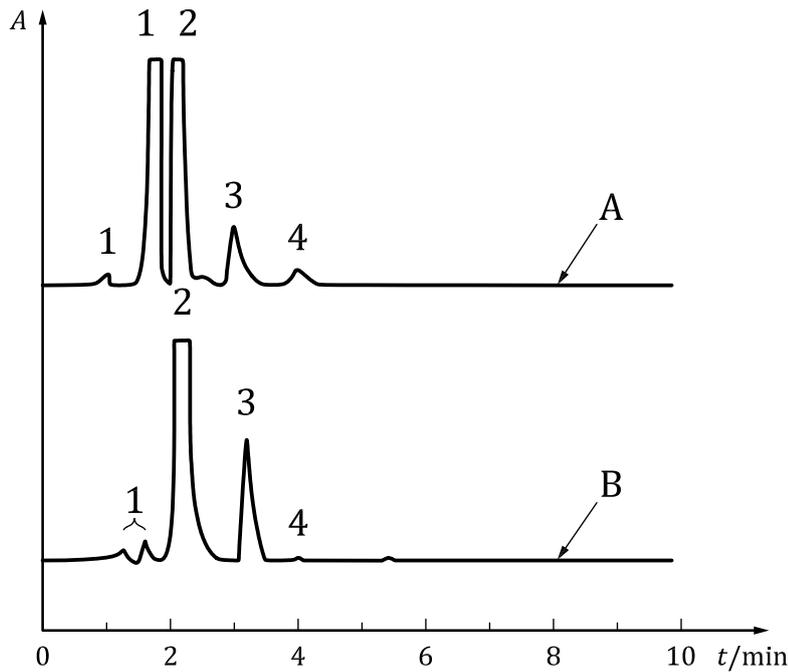
L'acroléine et le crotonaldéhyde peuvent ne pas être quantifiés avec précision par cette méthode. La formation de multiples pics dérivés et l'instabilité des rapports de pic^[18] peuvent induire des résultats imprécis pour ces composés.

Le dioxyde d'azote réagit avec la DNPH. De fortes concentrations en NO₂ (par exemple pour les gazinières) peuvent engendrer des problèmes car le temps de rétention du dérivé DNPH peut être similaire à celui du dérivé DNPH du formaldéhyde, en fonction de la colonne CLHP et des paramètres^[13]^[14]^[19].

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.2 Interférence due à l'ozone

Il convient de prêter une attention particulière en cas de suspicion de niveaux d'ozone anormalement élevés dans la zone d'échantillonnage (par exemple les photocopieurs de bureau). L'ozone s'est avérée interférer négativement en réagissant avec la DNPH et ses dérivés (les hydrazones) dans la cartouche.^[20] Le degré d'interférence dépend des variations temporelles de l'ozone et des composés carbonylés, ainsi que de la durée d'échantillonnage. Une importante interférence négative de l'ozone a été observée, même à des concentrations en formaldéhyde et en ozone typiques de l'air ambiant propre (2 µg/m³ et 80 µg/m³, respectivement).^[19] Lors de l'analyse, la présence d'ozone dans l'échantillon est facilement décelée par l'apparition de nouveaux composés dont les temps de rétention sont plus courts que ceux de l'hydrazone de formaldéhyde. La [Figure 2](#) illustre des chromatogrammes d'échantillons d'un flux d'air dopé en formaldéhyde avec et sans ozone.



Légende

A	absorbance relative	1	inconnu
t	temps	2	DNPH
A	avec ozone	3	formaldéhyde
B	sans ozone	4	acétaldéhyde

Figure 2 — Échantillons de formaldéhyde de la cartouche dans un flux d'air avec et sans ozone

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8ebfe99e-ff2c-4a9e-8860-a5bbc7e62d58/iso-16000-3-2022>

La solution la plus directe pour résoudre le problème d'interférence de l'ozone consiste à éliminer l'ozone avant que l'air échantillonné n'atteigne la cartouche. Pour cela, un décomposeur ou un épurateur d'ozone placé en face de la cartouche peut être utilisé. Les décomposeurs ou les cartouches épuratrices d'ozone sont disponibles dans le commerce. Un décomposeur peut être équipé d'un tuyau en cuivre de 1 m de 0,64 cm de diamètre extérieur et de 0,46 cm de diamètre intérieur, rempli d'une solution aqueuse saturée d'iodure de potassium, laissé au repos pendant quelques minutes (par exemple 5 min), purgé et séché avec un flux d'air ou d'azote propre pendant environ 1 h. La capacité du décomposeur d'ozone tel que spécifié est d'environ 200 µg/m³ h. Les aldéhydes d'essai (formaldéhyde, acétaldéhyde, propionaldéhyde, benzaldéhyde et *p*-tolualdéhyde) de dopage dynamique dans un flux d'air d'échantillonnage ambiant ont traversé le décomposeur d'ozone avec pratiquement aucune perte. [21] Les épurateurs d'ozone commerciaux constitués d'une cartouche remplie avec 300 mg à 500 mg d'iodure de potassium granulaire se sont également révélés efficaces pour éliminer l'ozone [22].

6 Mesures de sécurité

La 2,4-dinitrophénylhydrazine est explosive à l'état sec et doit être manipulée avec un soin tout particulier. Elle est également toxique (chez le rat, LD₅₀ = 654 mg/kg). Certains essais ont démontré qu'elle est mutagène et irritante pour la peau et les yeux.

L'acide perchlorique est stable et non oxydant à température ambiante, à des concentrations inférieures à 68 % en fraction massique. Cependant, il est facilement déshydraté à des températures supérieures à 160 °C et peut provoquer des explosions au contact des alcools, du bois, de la cellulose et d'autres matériaux oxydables. Il convient de le stocker dans un endroit sec et frais et de l'utiliser avec précaution, sous une hotte d'aspiration uniquement.

7 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et en particulier ce qui suit.

7.1 Échantillonnage

7.1.1 Cartouche d'échantillonnage garnie de gel de silice et imprégnée de DNPH conformément à [l'Article 9](#), ou cartouche disponible dans le commerce.

La cartouche doit contenir une quantité minimale de 350 mg de gel de silice avec une charge minimale de DNPH de 0,29 % en fraction massique. Le rapport du diamètre du lit à la longueur du lit du gel de silice ne doit pas dépasser 1:1. La capacité de la cartouche pour le formaldéhyde doit être d'au moins 75 µg et l'efficacité de prélèvement d'au moins 95 % à un débit d'échantillonnage de 1,5 l/min. Des cartouches d'échantillonnage à très faibles niveaux de blanc et à haute performance sont disponibles dans le commerce.

NOTE Une chute de pression d'environ 19 kPa a été observée dans la cartouche d'échantillonnage préparée par l'utilisateur, à un débit d'échantillonnage de 1,5 l/min. Certaines cartouches pré-imprégnées disponibles dans le commerce présentent des chutes de pression moindres, ce qui permet d'utiliser des pompes de prélèvement individuelles alimentées par batterie.

7.1.2 Pompe de prélèvement d'air, capable d'échantillonner avec justesse et précision à un débit de 0,1 l/min à 1,5 l/min.

7.1.3 Régulateur de débit: débitmètres massiques, régulateurs de débit massiques, ou tout autre dispositif approprié pour mesurer et régler les débits d'air entre 0,50 l/min et 1,20 l/min dans la cartouche d'échantillonnage (voir 10.1 pour plus d'informations concernant les exigences du Régulateur de débit).

7.1.4 Appareil d'étalonnage de débit: dispositif permettant de mesurer le débit à travers la cartouche, précis à 0,1 % du débit utilisé, tel qu'un rotamètre, un débitmètre à lame de savon ou un compteur humide.

7.2 Préparation de l'échantillon

7.2.1 Récipients pour cartouches, par exemple tubes de culture en verre borosilicaté (20 mm × 125 mm) avec bouchons à vis en polypropylène, ou autres récipients appropriés, pour transporter les cartouches imprégnées.

7.2.2 Gants: gants non absorbants. Des gants en polyéthylène se sont avérés appropriés.

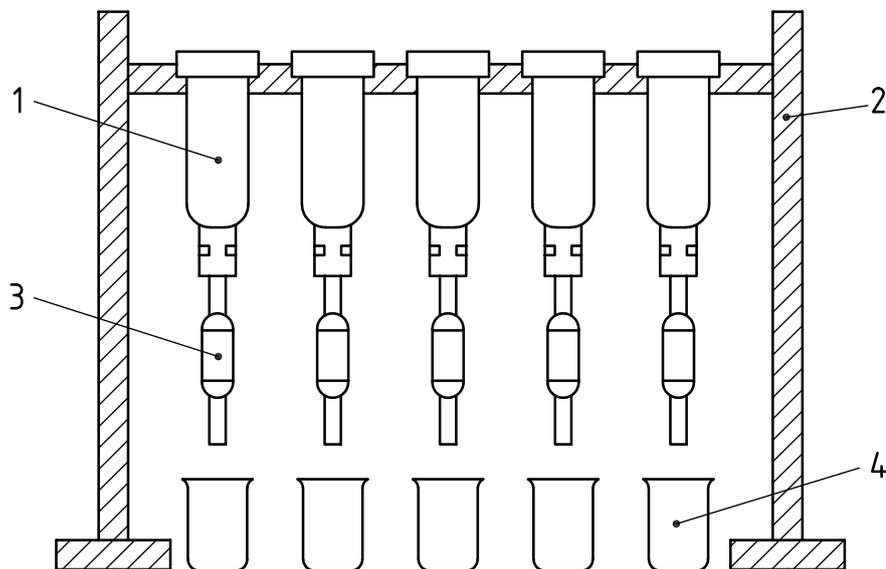
7.2.3 Récipients de transport, boîtiers métalliques à couvercle hermétique (par exemple d'un volume de 4 l) ou autres récipients appropriés, avec emballage à bulles d'air en polyéthylène ou autre rembourrage approprié, pour contenir et protéger les récipients pour cartouche fermés hermétiquement.

NOTE Un sachet en plastique thermosoudable du type inclus avec certaines cartouches commerciales pré-imprégnées de DNPH peut être utilisé pour stocker une cartouche imprégnée de DNPH après l'échantillonnage, si approprié.

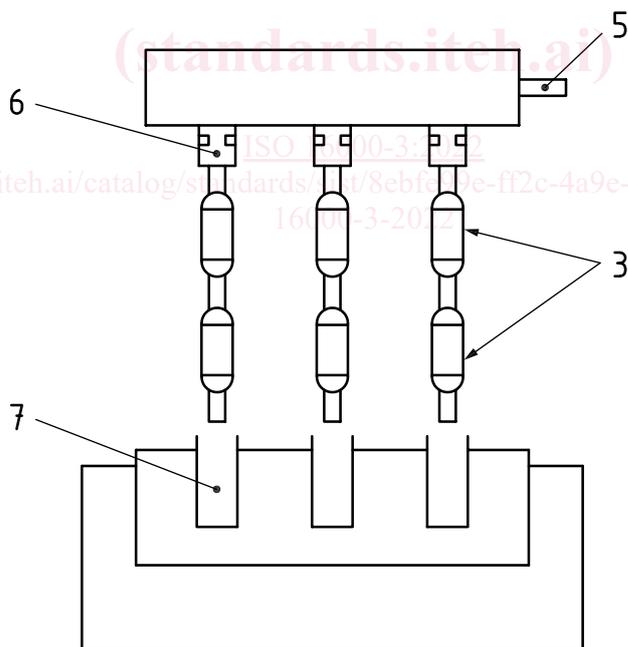
7.2.4 Support pour l'imprégnation des cartouches. Un support inerte approprié pour contenir les cartouches en cours de séchage doit être utilisé, par exemple un rack pour seringues (voir [Figure 3](#)).

7.2.5 Rampe de séchage des cartouches, tel qu'un support avec des raccords à gaz et avec plusieurs connecteurs mâles pour seringues normalisés (voir [Figure 3](#)).

L'appareillage spécifié en [7.2.4](#) et [7.2.5](#) n'est nécessaire que si les utilisateurs choisissent de fabriquer leurs propres cartouches imprégnées de DNPH.



a) Rack pour l'imprégnation des cartouches



b) Rack pour le séchage des cartouches imprégnées de DNPH

Légende

- | | | | |
|---|-----------------------------|---|----------------------------|
| 1 | seringues en verre de 10 ml | 5 | flux de gaz N ₂ |
| 2 | rack pour tubes à essai | 6 | raccord pour seringues |
| 3 | cartouches | 7 | flacons pour déchets |
| 4 | béchers pour déchets | | |

Figure 3 — Rack pour seringues pour l'imprégnation et le séchage des cartouches d'échantillonnage