

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
17226-1

IULTCS/IUC  
19-1

Première édition  
2008-05-01

---

---

**Cuir — Dosage chimique du  
formaldéhyde —**

Partie 1:

**Méthode par chromatographie en phase  
liquide à haute performance**

*iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)*  
*Leather — Chemical determination of formaldehyde content —  
Part 1: Method using high performance liquid chromatography*

[ISO 17226-1:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a3095b3-e259-4b1e-8a26-ba4d92df229b/iso-17226-1-2008)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a3095b3-e259-4b1e-8a26-  
ba4d92df229b/iso-17226-1-2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a3095b3-e259-4b1e-8a26-ba4d92df229b/iso-17226-1-2008)



Numéro de référence  
ISO 17226-1:2008(F)  
IULTCS/IUC 19-1:2008(F)

© ISO 2008

**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 17226-1:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a3095b3-e259-4b1e-8a26-ba4d92df229b/iso-17226-1-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a3095b3-e259-4b1e-8a26-ba4d92df229b/iso-17226-1-2008>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2008

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## 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 17226-1 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). La présente méthode est techniquement équivalente à la section colorimétrique de la méthode de l'IUC 19 qui a été déclarée méthode officielle au Congrès des délégués de l'IULTCS le 31 mai 2003 à Cancún, Mexique.

L'IULTCS, qui date de 1897, est une organisation mondiale de professionnels du cuir qui suit les progrès des sciences et technologies du cuir. L'IULTCS comporte trois commissions, qui sont responsables de l'élaboration de méthodes internationales d'échantillonnage et d'essais des cuirs. L'ISO reconnaît l'IULTCS en tant qu'organisme international de normalisation pour l'élaboration de méthodes d'essai relatives au cuir.

Cette première édition de l'ISO 17226-1, ainsi que l'ISO 17226-2, annule et remplace l'ISO/TS 17226:2003, qui a fait l'objet d'une révision technique.

L'ISO 17226 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Cuir — Dosage chimique du formaldéhyde*:

- *Partie 1: Méthode par chromatographie en phase liquide à haute performance*
- *Partie 2: Méthode par analyse colorimétrique*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 17226-1:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a3095f3-e259-4b1e-8a26-ba4d92df229b/iso-17226-1-2008>

# Cuir — Dosage chimique du formaldéhyde —

## Partie 1:

# Méthode par chromatographie en phase liquide à haute performance

## 1 Domaine d'application

Le présente partie de l'ISO 17226 spécifie une méthode permettant de doser le formaldéhyde libre et le formaldéhyde dégagé dans les cuirs. Cette méthode est fondée sur la chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP). Elle est sélective et insensible aux extraits colorés.

La teneur en formaldéhyde se définit par hypothèse comme la quantité de formaldéhyde libre et de formaldéhyde extrait de l'hydrolyse contenue dans un extrait d'eau provenant du cuir dans des conditions normalisées.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 2 Conformité

Quand elles sont comparées à l'ISO 17226-2, les deux méthodes d'analyse présentent généralement des tendances similaires, mais pas nécessairement le même résultat absolu. Par conséquent, en cas de litige, la présente méthode (ISO 17226-1) doit être utilisée plutôt que celle de l'ISO 17226-2.

## 3 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 2418, *Cuir — Essais chimiques, physiques, mécaniques et de solidité — Emplacement de l'échantillonnage*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 4044, *Cuir — Essais chimiques — Préparation des échantillons pour essais chimiques*

ISO 4684, *Cuir — Essais chimiques — Détermination des matières volatiles*

## 4 Principe

Le processus est sélectif. Le formaldéhyde est séparé et quantifié comme un dérivé d'autres aldéhydes et d'autres cétones par chromatographie en phase liquide. Le formaldéhyde libre est détecté, ainsi que le formaldéhyde qui est hydrolysé pendant l'extraction pour produire du formaldéhyde libre.

L'échantillon est élué avec une solution de détergent à 40 °C. L'éluat est mélangé avec de la 2,4-dinitrophénylhydrazine, ce qui provoque la réaction des aldéhydes et des cétones qui produisent les hydrazones respectives. Celles-ci sont séparées en employant une méthode CLHP en phase inverse, puis détectées à 360 nm et quantifiées.

## 5 Réactifs

Sauf spécification contraire, seuls des produits chimiques de qualité analytique doivent être utilisés. L'eau doit être de qualité 3, conformément à l'ISO 3696:1987. Toutes les solutions sont des solutions aqueuses.

### 5.1 Réactifs pour la solution mère de formaldéhyde

- 5.1.1 **Solution de formaldéhyde**, à environ 37 % (fraction massique).
- 5.1.2 **Solution d'iode**, 0,05 mol/l, c'est-à-dire 12,68 g d'iode par litre.
- 5.1.3 **Solution d'hydroxyde de sodium**, 2,0 mol/l.
- 5.1.4 **Solution d'acide sulfurique**, 2,0 mol/l.
- 5.1.5 **Solution de thiosulfate de sodium**, 0,1 mol/l.
- 5.1.6 **Empois d'amidon**, 1 %, c'est-à-dire 1 g dans 100 ml d'eau.

### 5.2 Réactifs pour la méthode par CLHP

- 5.2.1 **Solution de dodécylsulfonate de sodium (détergent)**, 0,1 %, 1 g dans 1 000 ml d'eau.
- 5.2.2 **Solution de dinitrophénylhydrazine (DNPH)**, contenant 0,3 g de DNPH (2,4-dinitrophénylhydrazine) dissoute dans 100 ml d'acide *o*-phosphorique concentré (85 % de fraction massique). (DNPH recristallisé à partir de 25 % de fraction massique, acétonitrile dans de l'eau)
- 5.2.3 **Acétonitrile**.

## 6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

- 6.1 **Fioles jaugées**, de 10 ml, de 500 ml et de 1 000 ml de capacité.
- 6.2 **Fioles coniques (Erlenmeyer)**, de 100 ml et de 250 ml de capacité.
- 6.3 **Crépine avec filtre en fibre de verre**, GF8 (ou **crépine filtrante en verre G 3**, diamètre de 70 mm à 100 mm).
- 6.4 **Bain-marie**, réglé par thermostat à 40 °C ± 0,5 °C, équipé d'un agitateur ou d'un mélangeur de fiole.
- 6.5 **Thermomètre**, gradué de 20 °C à 50 °C avec des graduations de 0,1 °C.
- 6.6 **Système CLHP à détection UV**, 360 nm.
- 6.7 **Filtre à membrane**, polyamide, 0,45 µm.
- 6.8 **Balance analytique**, pesant avec une exactitude de 0,1 mg.

## 7 Modes opératoires

### 7.1 Mode opératoire pour le dosage du formaldéhyde dans la solution mère

#### 7.1.1 Préparation de la solution mère de formaldéhyde

À l'aide d'une pipette, verser 5 ml de la solution de formaldéhyde (5.1.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml (6.1) contenant approximativement 100 ml d'eau, puis compléter la fiole jaugée au volume avec de l'eau déminéralisée. Cette solution est la solution mère de formaldéhyde.

#### 7.1.2 Dosage

À l'aide d'une pipette, verser 10 ml de cette solution dans une fiole conique de 250 ml (6.2), mélanger avec 50 ml de solution d'iode (5.1.2) et ajouter de l'hydroxyde de sodium (5.1.3) jusqu'à obtenir une coloration jaune. Laisser décanter 15 min ± 1 min à une température comprise entre 18 °C et 26 °C, puis ajouter 15 ml d'acide sulfurique (5.1.4) en remuant.

Après avoir ajouté 2 ml d'empois d'amidon (5.1.6), titrer l'excès d'iode avec du thiosulfate de sodium (5.1.5) jusqu'à obtenir un changement de couleur. Effectuer trois dosages individuels. Titrer au moins deux solutions à blanc de la même manière.

$$\rho_{\text{FA}} = \frac{(V_0 - V_1) \times c_1 \times M_{\text{FA}}}{2}$$

iTeh STANDARD PREVIEW

où

(standards.iteh.ai)

$\rho_{\text{FA}}$  est la concentration de la solution mère de formaldéhyde, en milligrammes par 10 ml (mg/10 ml);

$V_0$  est le titre de la solution de thiosulfate pour la solution à blanc, en millilitres (ml);

$V_1$  est le titre de la solution de thiosulfate pour la solution échantillon, en millilitres (ml);

$M_{\text{FA}}$  est la masse moléculaire du formaldéhyde, 30,02 g/mol;

$c_1$  est la concentration de la solution de thiosulfate, en moles par litre (mol/l).

### 7.2 Mode opératoire pour le dosage du formaldéhyde dans le cuir par CLHP

#### 7.2.1 Échantillonnage et préparation des échantillons

Si possible, procéder à l'échantillonnage conformément à l'ISO 2418. S'il est impossible d'effectuer l'échantillonnage conformément à l'ISO 2418 (par exemple avec des cuirs de produits finis comme les chaussures, les vêtements), des détails sur l'échantillonnage doivent être fournis avec le rapport d'essai. Broyer le cuir conformément à l'ISO 4044.

Si le résultat doit être présenté sur la base de la matière sèche, un échantillon supplémentaire du même cuir doit être soumis à essai conformément à l'ISO 4684, de manière à pouvoir calculer la teneur en humidité.

#### 7.2.2 Extraction

Peser 2 g ± 0,1 g de cuir dans un récipient approprié. À l'aide d'une pipette, verser 50 ml de la solution de détergent (5.2.1) dans une fiole conique de 100 ml (6.2), puis chauffer à 40 °C. Transférer quantitativement le cuir prépesé dans la fiole, puis fermer cette dernière avec un bouchon en verre (voir le paragraphe suivant). Mélanger ou agiter doucement le contenu de la fiole à 40 °C ± 0,5 °C dans un bain-marie (6.4) pendant 60 min ± 2 min. Filtrer immédiatement dans une fiole la solution d'extrait chaude, sous vide à travers un filtre en fibre de verre (6.3). Laisser refroidir le filtrat dans une fiole fermée, à température ambiante (entre 18 °C et 26 °C).

Le rapport cuir/solution ne doit pas être modifié. Il convient d'effectuer l'extraction et l'analyse le même jour ouvrable.

### 7.2.3 Réaction avec le DNPH

À l'aide d'une pipette, verser dans une fiole jaugée de 10 ml (6.1) 4,0 ml d'acétonitrile (5.2.3), 5,0 ml de partie aliquote de l'éluat filtré (7.2.2) et 0,5 ml de solution de DNPH (5.2.2). Compléter la fiole jaugée au volume avec de l'eau déminéralisée et agiter brièvement à la main pour mélanger les constituants. Laisser reposer au moins 60 min, mais pas plus de 180 min. Après l'avoir filtré avec un filtre à membrane (6.7), procéder à l'analyse par CLHP de l'échantillon. Si la concentration est en dehors de la gamme d'étalonnage, il faut prendre des parties aliquotes plus petites.

### 7.2.4 Conditions de la CLHP (recommandations)

Ces conditions sont seulement des recommandations. Il convient de vérifier la méthode utilisée à l'aide de la détermination du taux de récupération (7.2.7) et il convient que les résultats observés soient conformes aux valeurs données dans le Tableau A.1.

Débit:	1,0 ml/min
Phase mobile:	acétonitrile/eau, 60:40
Colonne de séparation:	colonne en phase inversée C18 (1 cm, RP18)
Longueur d'onde de détection UV:	360 nm
Volume d'injection:	20 µl

NOTE Une colonne Merck 100, CH 18,2 (hautement garnie, 12% C) est un exemple de colonne de séparation convenable commercialement disponible. [standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a3095b3-e259-4b1e-8a26-ba4d92df229b/iso-17226-1-2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a3095b3-e259-4b1e-8a26-ba4d92df229b/iso-17226-1-2008)

### 7.2.5 Étalonnage de la CLHP

Dans une fiole jaugée de 500 ml (6.1) préalablement remplie avec environ 100 ml d'eau, verser, à l'aide d'une pipette, 0,5 ml de la solution mère de formaldéhyde obtenue en 7.1.1, dont la teneur en formaldéhyde est connue avec précision. Mélanger, compléter au volume avec de l'eau et remuer de nouveau. Cette solution est la solution étalon qui a une teneur approximative 2 µg de formaldéhyde/ml.

Dans six fioles jaugées de 10 ml (6.1), ajouter individuellement 4 ml d'acétonitrile (5.2.3), puis ajouter une série de concentrations respectives de 0,5 ml; 1,0 ml; 2,0 ml; 3,0 ml; 4,0 ml; 5,0 ml de la solution étalon. Immédiatement après l'ajout de la solution de formaldéhyde (5.1.1), mélanger chaque fiole et y ajouter 0,5 ml de solution DNPH (5.2.2). Compléter les fioles au volume avec de l'eau déminéralisée et mélanger. Après au moins 60 min et au plus 180 min, soumettre les échantillons à l'analyse par CLHP après les avoir filtrés avec un filtre à membrane (6.7). L'étalonnage s'effectue en traçant une courbe représentant la surface des pics dérivés du formaldéhyde en fonction de la concentration en microgrammes par 10 ml.

---

1) Une colonne Merck 100, CH 18,2 est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. 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.



### 7.2.6 Calcul de la teneur en formaldéhyde dans les échantillons de cuir

$$w_F = \frac{\rho_S \times F}{m}$$

où

$w_F$  est la concentration de formaldéhyde dans l'échantillon en milligrammes par kilogramme (mg/kg) arrondie à 0,01 mg/kg;

$\rho_S$  est la concentration de formaldéhyde obtenue à partir de la courbe d'étalonnage, en microgrammes par 10 ml ( $\mu\text{g}/10 \text{ ml}$ );

$F$  est le facteur de dilution en millilitres (ml);

$m$  est la masse de cuir pesée en grammes (g).

### 7.2.7 Dopage — détermination du taux de récupération

Commencer par verser 4 ml d'acétonitrile (5.2.3) dans une fiole jaugée de 10 ml (6.1), puis ajouter une partie aliquote de 2,5 ml du filtrat, obtenu tel que décrit en 7.2.2. Ajouter ensuite un volume précisément déterminé de solution étalon de formaldéhyde, pour donner une concentration quasiment égale à celle trouvée dans l'échantillon.

Traiter ensuite cette solution suivant le mode opératoire décrit en 7.2.3 et déterminer  $\rho_{S2}$  suivant le mode opératoire décrit en 7.2.3. Effectuer la détermination et noter la valeur obtenue dans le rapport d'essai.

$$R_R = \frac{(\rho_{S2} - 0,5 \rho_S) \times 100}{\rho_{FA1}}$$

ISO 17226-1:2008  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a3095b3-e259-4b1e-8a26-ba4d92df229b/iso-17226-1-2008>

où

$\rho_{S2}$  est la concentration de formaldéhyde obtenue à partir de la courbe d'étalonnage en microgrammes par 10 ml ( $\mu\text{g}/10 \text{ ml}$ );

$\rho_S$  est la concentration de formaldéhyde dans l'échantillon non dopé en microgrammes par 10 ml ( $\mu\text{g}/10 \text{ ml}$ );

$\rho_{FA1}$  est la quantité dopée de formaldéhyde en microgrammes par 10 ml ( $\mu\text{g}/10 \text{ ml}$ );

$R_R$  est le taux de récupération en pourcentage, arrondi à 0,1 %.

## 8 Expression des résultats

Exprimer la concentration en formaldéhyde libre à 0,1 mg/kg près d'après la masse de l'échantillon de cuir soumis à essai.

Si les résultats doivent être présentés sur la base de la matière sèche, les résultats ci-dessus doivent être multipliés par le facteur  $100/(100 - w)$ , où  $w$  est la teneur en humidité en pourcentage (%) selon l'ISO 4684. Si les résultats sont présentés sur la base de la matière sèche, cela doit être clairement mentionné dans le rapport d'essai.