

NORME
INTERNATIONALE

ISO
17226-2

IULTCS/IUC
19-2

Première édition
2008-05-01

**Cuir — Dosage chimique du
formaldéhyde —**

Partie 2:
Méthode par analyse colorimétrique

Leather — Chemical determination of formaldehyde content —

Part 2: Method using colorimetric analysis

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17226-2:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9f983cef-3a2a-4535-8ac7-6e117f68d991/iso-17226-2-2008>



Numéro de référence
ISO 17226-2:2008(F)
IULTCS/IUC 19-2:2008(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 17226-2:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9f983cef-3a2a-4535-8ac7-6e117f68d991/iso-17226-2-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9f983cef-3a2a-4535-8ac7-6e117f68d991/iso-17226-2-2008>



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
Web 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 Cancun, 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 17226-2, ainsi que l'ISO 17226-1, 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 17226-2:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9f983cef-3a2a-4535-8ac7-6e117f68d991/iso-17226-2-2008>

Cuir — Dosage chimique du formaldéhyde —

Partie 2: Méthode par analyse colorimétrique

1 Domaine d'application

La 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 l'analyse colorimétrique.

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.

Ce processus n'est pas absolument sélectif pour le formaldéhyde. D'autres composants tels que des extraits de colorants pourraient interférer à 412 nm.

2 Conformité

Quand elles sont comparées à l'ISO 17226-1, les deux méthodes d'analyse présentent généralement des tendances similaires, mais pas nécessairement le même résultat absolu. Par conséquent, en cas de litige, l'ISO 17226-1 doit être utilisée de préférence.

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*

ISO 17226-1, *Cuir — Dosage chimique du formaldéhyde — Partie 1: Méthode par chromatographie en phase liquide à haute performance*

4 Principe

L'échantillon de cuir est élué avec une solution de détergent à 40 °C. L'éluat est traité avec de l'acétylacétone, avec laquelle le formaldéhyde réagit pour produire un composé jaune (3,5-diacétyl-1,4-dihydrolutidine). L'absorbance de ce composé est mesurée à 412 nm. La quantité de formaldéhyde correspondant à la valeur de l'absorbance de l'échantillon pour essai est obtenue à partir d'une courbe d'étalonnage établie dans des conditions identiques.

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 colorimétrique

5.2.1 **Solution de dodécylsulfonate de sodium (détergent)**, 0,1 %, 1 g dans 1 000 ml d'eau.

5.2.2 **Solution 1**, 150 g d'acétate d'ammonium + 3 ml d'acide acétique glacial + 2 ml d'acétylacétone (pentane-2,4-dione, CAS 123-54-6) dans 1 000 ml d'eau.

Préparer le jour même et conserver à l'abri de la lumière. (La solution est sensible à la lumière.)

5.2.3 **Solution 2**, 150 g d'acétate d'ammonium + 3 ml d'acide acétique glacial dans 1 000 ml d'eau.

5.2.4 **Solution de dimédone**, 5 g de dimédone¹⁾ dans 1 000 ml d'eau.

Il a été rapporté que la dimédone peut ne pas facilement se dissoudre dans l'eau pure. Dans ce cas, elle peut être dissoute dans une petite quantité d'éthanol en complétant au volume avec de l'eau.

6 Appareillage

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

6.1 **Fioles jaugées**, de 10 ml, de 50 ml et de 1 000 ml de capacité.

6.2 **Fioles coniques (Erlenmeyer)**, de 25 ml, de 100 ml et de 250 ml de capacité.

1) La dimédone (CAS 126-81-8) ou méthone est la 5,5'-diméthyl-1,3-cyclohexanedione.

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 $40\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$, équipé d'un agitateur ou d'un mélangeur de fiole.

6.5 Thermomètre, gradué de 20 °C à 50 °C avec des graduations de $0,1\text{ °C}$.

6.6 Balance analytique, pesant avec une exactitude de $0,1\text{ mg}$.

6.7 Spectrophotomètre, avec des cellules appropriées pouvant mesurer l'absorbance à 412 nm .

La longueur de trajectoire de cellule recommandée est de 20 mm .

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 $1\ 000\text{ ml}$ (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 $15\text{ min} \pm 1\text{ min}$ 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.

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

où

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

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

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 la méthode colorimétrique

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 $2 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ 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 $40 \text{ }^\circ\text{C}$. 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 $40 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$ dans un bain-marie (6.4) pendant $60 \text{ min} \pm 2 \text{ min}$. 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 $18 \text{ }^\circ\text{C}$ et $26 \text{ }^\circ\text{C}$).

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

ITC STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7.2.3 Réaction avec l'acétylacétone

7.2.3.1 À l'aide d'une pipette, verser 5 ml du filtrat obtenu en 7.2.2 dans une fiole conique de 25 ml (6.2), puis ajouter 5 ml de Solution 1 (5.2.2). La fiole conique est munie d'un bouchon en verre. Remuer la solution pendant $30 \text{ min} \pm 1 \text{ min}$ à une température de $40 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$. Après refroidissement (à l'abri de la lumière), mesurer l'absorbance à l'aide d'un spectrophotomètre à 412 nm, par rapport à une solution à blanc produite à partir d'un mélange de 5 ml de solution de détergent (5.2.1) + 5 ml de Solution 1 (5.2.2). Noter l'absorbance obtenue comme E_p .

Pour procéder à la détermination de l'absorbance résultant de la couleur initiale du filtrat obtenu en 7.2.2, verser, à l'aide d'une pipette, 5 ml du filtrat (7.2.2) dans une fiole conique de 25 ml (6.2) et ajouter 5 ml de Solution 2 (5.2.3). Pour la suite, employer la même méthode qu'avec l'échantillon. Noter l'absorbance obtenue comme E_e .

7.2.3.2 Pour les cuirs avec une teneur en formaldéhyde élevée ($> 75 \text{ mg/kg}$), prendre une partie aliquote plus petite.

Compléter à 5 ml avec de l'eau les parties aliquotes inférieures à 5 ml.

EXEMPLE Teneur en formaldéhyde approximativement de 500 mg/kg.

Mode opératoire: à l'aide d'une pipette, verser 0,5 ml du filtrat (7.2.2) dans une fiole conique de 25 ml (6.2), ajouter 4,5 ml d'eau. Puis suivre le mode opératoire décrit en 7.2.3.1.

7.2.4 Vérification de l'absence de formaldéhyde dans les réactifs

Mesurer 5 ml de solution de détergent (5.2.1) + 5 ml de Solution 1 (5.2.2) par rapport à 5 ml de solution de détergent (5.2.1) + 5 ml d'eau. L'absorbance mesurée ne doit pas être supérieure à 0,025 (mesurée dans une cellule de 20 mm à 412 nm).

7.2.5 Recherche d'autres composés entraînant une coloration avec l'acétylacétone

Mélanger 5 ml du filtrat obtenu en 7.2.2 avec 1 ml de solution de dimédone (5.2.4), puis chauffer à 40 °C ± 1 °C pendant 10 min ± 1 min. Ajouter 5 ml de Solution 1 (5.2.2) et maintenir le mélange à 40 °C ± 1 °C pendant 30 min ± 1 min. Immédiatement après refroidissement à température ambiante, effectuer un mesurage d'absorbance au spectrophotomètre à 412 nm par rapport à une solution à blanc qui, contrairement à la Solution 1 (5.2.2), contient 5 ml de la Solution 2 (5.2.3). Cette absorbance doit être inférieure à 0,05 (mesurée dans une cellule de 20 mm) lorsque du formaldéhyde a été détecté dans l'échantillon de cuir.

Dans le cas où l'absorbance est supérieure à 0,05, le mode opératoire doit être effectué conformément à l'ISO 17226-1. Si cela est impossible, il doit être consigné dans le rapport d'essai que d'autres composants ont été détectés lors de l'analyse et que cela pourrait provoquer une réponse positive pour le formaldéhyde.

7.2.6 Étalonnage

Dans une fiole conique de 1 000 ml (6.1), préalablement remplie avec 100 ml d'eau, verser à l'aide d'une pipette 3 ml de la solution mère de formaldéhyde obtenue en 7.1.1, dont la quantité de formaldéhyde est connue avec précision. Mélanger, compléter la fiole au volume avec de l'eau et mélanger minutieusement de nouveau. Cette solution est la solution étalon qui sera utilisée pour l'étalonnage (c'est-à-dire que la solution étalon est à environ 6 µg/ml).

À partir de cette solution, verser à l'aide d'une pipette des parties aliquotes de 3 ml, 5 ml, 10 ml, 15 ml, 20 ml et 25 ml dans des fioles jaugées (6.1) individuelles de 50 ml qui sont ensuite remplies d'eau. Ces solutions couvrent alors l'étendue de concentrations du formaldéhyde, de 0,4 µg/ml à 3,0 µg/ml. (Cela correspond à une étendue de concentrations du formaldéhyde dans le cuir de 9 mg/kg à 75 mg/kg de cuir, dans les conditions données. Pour les concentrations plus élevées, utiliser une partie aliquote de filtrat plus petite.)

À partir de chacune de ces six solutions, verser à l'aide d'une pipette 5 ml dans une fiole conique (6.2) de 25 ml et mélanger avec 5 ml de Solution 1 (5.2.2). Chauffer ce mélange à 40 °C ± 1 °C et agiter à cette température pendant 30 min ± 1 min.

Immédiatement après refroidissement à température ambiante (à l'abri de la lumière), effectuer un mesurage au spectrophotomètre à 412 nm par rapport à une solution à blanc composée de 5 ml de Solution 1 (5.2.2) et de 5 ml d'eau.

Avant le mesurage, régler le point zéro du spectrophotomètre (6.7) avec l'échantillon à blanc [5 ml de Solution 1 (5.2.2) et 5 ml d'eau] qui a été traité dans les mêmes conditions que les solutions d'étalonnage.

Les concentrations, en microgrammes par millilitre (µg/ml) sont représentées sur une courbe d'étalonnage en fonction de l'absorbance mesurée, axe des x: concentration en microgrammes par millilitre (µg/ml), axe des y: absorbance.

7.2.7 Calcul de la teneur en formaldéhyde de l'échantillon de cuir

$$w_p = \frac{(E_p + E_e) \times V_o \times V_f}{F \times m \times V_a}$$

où

w_p est la concentration de formaldéhyde dans l'échantillon en milligrammes par kilogramme (mg/kg), arrondie à 0,1 mg/kg;

E_p est l'absorbance du filtrat après réaction avec l'acétylacétone;

E_e est l'absorbance du filtrat (couleur initiale);