
**Cuir — Dosage chimique du
formaldéhyde —**

**Partie 3:
Dosage du formaldéhyde émis par le cuir**

Leather — Chemical determination of formaldehyde content —

Part 3: Determination of formaldehyde emissions from leather

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17226-3:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6ea8db8-99e3-4d1d-86d3-19b173b7f88a/iso-17226-3-2011>



Numéro de référence
ISO 17226-3:2011(F)
IULTCS/IUC 19-3:2011(F)

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 17226-3:2011
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6ea8db8-99e3-4d1d-86d3-19b173b7f88a/iso-17226-3-2011>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2011

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 Principe	1
4 Réactifs	1
4.1 Réactifs pour la solution mère de formaldéhyde	1
4.2 Réactifs pour la méthode par CLHP	2
5 Appareillage	2
6 Méthodes	2
6.1 Mode opératoire pour le dosage du formaldéhyde dans la solution mère	2
6.1.1 Préparation de la solution mère de formaldéhyde	2
6.1.2 Dosage	3
6.2 Mode opératoire pour le dosage du formaldéhyde émis par la méthode par CLHP	4
6.2.1 Transport et stockage du cuir pour cette méthode	4
6.2.2 Échantillonnage	4
6.2.3 Dosage des matières volatiles	4
6.2.4 Dosage du formaldéhyde émis	4
6.2.5 Réaction avec la DNPH	4
6.2.6 Conditions de CLHP (recommandations)	4
6.2.7 Étalonnage de la CLHP	5
6.2.8 Calcul de la teneur en formaldéhyde d'échantillons de cuir	5
7 Expression des résultats	5
8 Rapport d'essai	6

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 17226-3 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.

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*
- *Partie 3: Dosage du formaldéhyde émis par le cuir*

Cuir — Dosage chimique du formaldéhyde —

Partie 3:

Dosage du formaldéhyde émis par le cuir

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 17226 spécifie une méthode pour doser le formaldéhyde émis par les cuirs. Cette méthode repose sur la chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP). Elle est sélective et permet d'observer également les émissions d'autres aldéhydes et cétones de faible poids moléculaire.

La présente partie de l'ISO 17226 concerne le formaldéhyde dégagé en phase gazeuse. Les résultats obtenus ne sont donc pas comparables avec ceux des méthodes décrites dans l'ISO 17226-1 et l'ISO 17226-2, qui sont fondées sur une extraction à l'eau liquide.

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 (y compris les éventuels amendements) s'applique.

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

ISO 2419, *Cuir — Essais physiques et mécaniques — Préparation et conditionnement des échantillons*

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

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

3 Principe

Une éprouvette de dimensions définies est maintenue au-dessus d'eau déminéralisée dans une bouteille scellée et est chauffée à température constante pendant une durée spécifique. La bouteille est ensuite refroidie et le formaldéhyde absorbé dans l'eau est analysé. L'eau est mélangée avec de la 2,4-dinitrophénylhydrazine, de sorte que les aldéhydes et les cétones réagissent pour donner les hydrazones respectives. Celles-ci sont séparées au moyen d'une méthode par CLHP en phase inverse, sont détectées à 360 nm et quantifiées.

4 Réactifs

Sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue. L'eau doit être de qualité 3 conformément à l'ISO 3696:1987. Toutes les solutions sont des solutions aqueuses.

4.1 Réactifs pour la solution mère de formaldéhyde

4.1.1 Solution de formaldéhyde, à environ 37 % (fraction massique).

- 4.1.2 Solution iodée, 0,05 mol/l, soit 12,68 g d'iode/l.
- 4.1.3 Solution d'hydroxyde de sodium, 2,0 mol/l.
- 4.1.4 Solution d'acide sulfurique, 2,0 mol/l.
- 4.1.5 Solution de thiosulfate de sodium, 0,1 mol/l.
- 4.1.6 Solution d'amidon, 1 %, soit 1 g dans 100 ml d'eau.

4.2 Réactifs pour la méthode par CLHP

- 4.2.1 Solution de dinitrophénylhydrazine (DNPH), composée de 0,3 g de DNPH (2,4-dinitrophénylhydrazine) dissous dans 100 ml d'acide o-phosphorique concentré (85 % en fraction massique); (DNPH recristallisée à partir d'acétonitrile dans de l'eau [25 % en fraction massique]).
- 4.2.2 Acétonitrile.

5 Appareillage

Utiliser l'appareillage de laboratoire courant et, en particulier, ce qui suit.

- 5.1 Bouteille en polyéthylène d'un litre (1 l), avec crochet intégré dans le capuchon (voir Figure 1). Crochet en acier inoxydable muni de joints, placé à l'intérieur du capuchon de la bouteille pour essai.
- 5.2 Fioles jaugées, de 10 ml, 500 ml et 1 000 ml de capacité.
- 5.3 Fioles Erlenmeyer, de 100 ml et 250 ml de capacité.
- 5.4 Pipettes, de 5 ml et 50 ml de capacité.
- 5.5 Étuve, pouvant être maintenue à une température de $(60 \pm 2) ^\circ\text{C}$.
- 5.6 Balance analytique, d'une exactitude de mesure de 1 mg.
- 5.7 Système CLHP avec détection UV, 360 nm, par exemple.
- 5.8 Emporte-pièce, conformément à l'ISO 2419, pour découper des éprouvettes de (100×40) mm.
- 5.9 Perforatrice, pour percer des trous de 3 mm à 4 mm de diamètre.
- 5.10 Membrane filtrante, en polyamide, 0,45 μm .

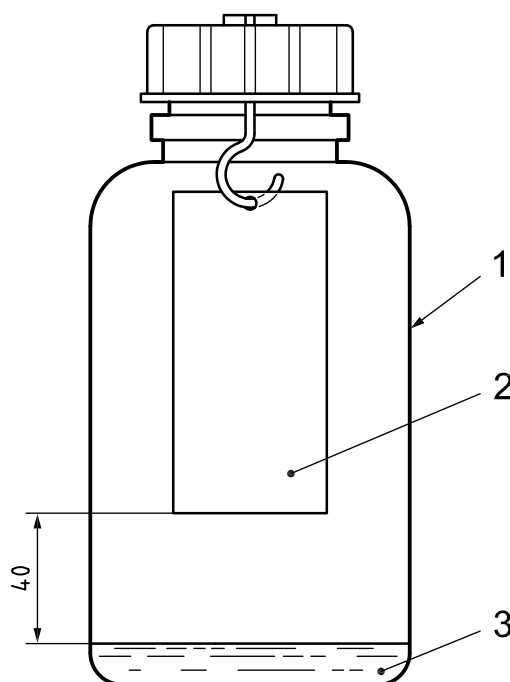
6 Méthodes

6.1 Mode opératoire pour le dosage du formaldéhyde dans la solution mère

6.1.1 Préparation de la solution mère de formaldéhyde

Introduire à l'aide d'une pipette 5 ml de la solution de formaldéhyde (4.1.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml (5.2) contenant environ 100 ml d'eau, puis remplir la fiole d'eau déminéralisée jusqu'au repère. Cette solution correspond à la solution mère de formaldéhyde.

Dimensions en millimètres



Légende

- 1 bouteille en polyéthylène
- 2 éprouvette
- 3 eau

Figure 1 — Bouteille en polyéthylène avec éprouvette et eau

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6ea8db8-99e3-4d1d-86d3-19b173b7f88a/iso-17226-3-2011>

6.1.2 Dosage

Introduire à l'aide d'une pipette 10 ml de cette solution dans une fiole Erlenmeyer de 250 ml (5.3) et mélanger avec 50 ml de solution iodée (4.1.2). Ajouter de l'hydroxyde de sodium (4.1.3) jusqu'à ce que la solution se colore en jaune. Laisser réagir pendant (15 ± 1) min à une température comprise entre 18 °C et 26 °C, puis ajouter 15 ml d'acide sulfurique (4.1.4) tout en agitant.

Après avoir ajouté 2 ml de solution d'amidon (4.1.6), titrer l'excès d'iode avec du thiosulfate de sodium (4.1.5) jusqu'à ce que la couleur change. Effectuer trois dosages séparés. Titrer au moins deux solutions d'essai à blanc de la même manière.

$$\rho_{\text{FA}} = \frac{(V_0 - V_1) \times c_1 \times M_{\text{FA}}}{2} \quad (1)$$

où

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

V_0 est le volume de la solution de thiosulfate pour la solution d'essai à blanc, en millilitres (ml);

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

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

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

6.2 Mode opératoire pour le dosage du formaldéhyde émis par la méthode par CLHP

6.2.1 Transport et stockage du cuir pour cette méthode

Pour éviter les risques de contamination croisée et de perte de formaldéhyde au cours du transport et du stockage, il convient de sceller les échantillons de cuir dans un sac plastique étanche sous gaz inerte.

NOTE L'utilisation de sacs de polyéthylène en couches multiples comprenant une couche métallique interne constitue une méthode appropriée.

6.2.2 Échantillonnage

Prélever six éprouvettes de (100 × 40) mm, en les sélectionnant conformément à l'ISO 2418, à l'aide de l'emporte-pièce (5.8) conformément à l'ISO 2419. Utiliser cinq de ces éprouvettes pour le dosage du formaldéhyde émis. Utiliser la sixième éprouvette pour le dosage des matières volatiles.

Pour fixer les éprouvettes 1 à 5, percer un trou de 3 mm à 4 mm de diamètre près du centre, à 10 mm du bord supérieur, dans chacune des éprouvettes.

6.2.3 Dosage des matières volatiles

Si le résultat doit être calculé sur la base d'une substance sèche, utiliser la sixième éprouvette pour doser les matières volatiles conformément à l'ISO 4684. Ne pas découper ni broyer l'éprouvette.

6.2.4 Dosage du formaldéhyde émis

Peser cinq des éprouvettes à 0,01 g près.

Introduire à l'aide d'une pipette des aliquotes de 50 ml d'eau déminéralisée dans chacune des bouteilles en polyéthylène d'1 l qui doivent être propres et sèches. Fixer une éprouvette à chaque crochet et sceller les cinq bouteilles.

Introduire à l'aide d'une pipette une aliquote de 50 ml d'eau déminéralisée dans une autre bouteille en polyéthylène d'1 l propre. Sceller la bouteille sans éprouvette. Utiliser cette bouteille pour un essai à blanc.

Dès que les bouteilles ont été scellées, les stocker pendant (180 ± 15) min dans une étuve chauffée à (60 ± 2) °C.

Sortir les bouteilles de l'étuve et les laisser refroidir à température ambiante pendant 1 h environ. Ensuite, retirer les éprouvettes de cuir des bouteilles et analyser immédiatement le formaldéhyde absorbé dans l'eau, comme décrit en 6.2.5.

6.2.5 Réaction avec la DNPH

Introduire à l'aide d'une pipette 4,0 ml d'acétonitrile (4.2.2), une aliquote de 5,0 ml d'eau prélevée dans la bouteille en polyéthylène (5.1) et 0,5 ml de la solution de DNPH (4.2.1) dans une fiole jaugée de 10 ml (5.2). Remplir la fiole jaugée d'eau déminéralisée jusqu'au repère et agiter brièvement à la main pour mélanger les composants. Laisser reposer au moins 60 min, mais au plus 180 min. Après filtrage à travers une membrane filtrante (5.10), analyser l'échantillon par CLHP. Si la concentration se situe en dehors de la plage d'étalonnage, prélever des aliquotes en portions plus petites.

6.2.6 Conditions de CLHP

Ces conditions ne sont indiquées qu'à titre de recommandation. Il convient de vérifier la méthode utilisée en déterminant le taux de récupération.

Il convient de contrôler le système de chromatographie quotidiennement, en utilisant de préférence un échantillon contenant 2 mg de formaldéhyde/l, pour déterminer le taux de récupération. Il convient de doser le contenu de l'échantillon selon le mode opératoire décrit pour l'étalonnage.

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

6.2.7 Étalonnage de la CLHP

Introduire à l'aide d'une pipette 0,5 ml de la solution mère de formaldéhyde obtenue en 6.1.1, dont la teneur en formaldéhyde est connue de manière précise, dans une fiole jaugée de 500 ml (5.2) pré-remplie avec environ 100 ml d'eau. Mélanger et ajouter de l'eau jusqu'au repère, puis mélanger à nouveau. Cette solution est la solution étalon servant de référence pour l'étalonnage (environ 2 µg de formaldéhyde/ml).

Dans chacune de six fioles jaugées de 10 ml (5.2), ajouter 4 ml d'acétonitrile (4.2.2), puis ajouter en série des quantités de 0,25 ml; 0,5 ml; 1,0 ml; 2,0 ml; 3,0 ml et 5,0 ml, respectivement, de la solution étalon. Immédiatement après avoir ajouté la solution de formaldéhyde, mélanger le contenu de chaque fiole et ajouter 0,5 ml de la solution de DNPH (4.2.1). Remplir les fioles jusqu'au repère avec de l'eau déminéralisée et mélanger. Au bout d'au moins 60 min et d'au plus 180 min, analyser les échantillons par CLHP après filtrage à travers une membrane filtrante (5.10). Procéder à l'étalonnage en rapportant graphiquement l'aire du pic dérivée du formaldéhyde en fonction de la concentration en µg/10 ml.

6.2.8 Calcul de la teneur en formaldéhyde dans les échantillons de cuir

$$w_{FA} = \frac{(A_{\text{échantillon}} - A_{\text{blanc}}) \times 10}{m \times b} \times D \quad (2)$$

où

w_{FA}	est la quantité de formaldéhyde émis, en milligrammes par kilogramme (mg/kg), arrondie à 0,1 mg/kg;
$A_{\text{échantillon}}$	est l'aire correspondant à l'échantillon de cuir déterminée par CLHP avec détection UV;
A_{blanc}	est l'aire correspondant à la solution à blanc déterminée par CLHP avec détection UV;
b	est la pente de la courbe d'étalonnage (10 ml/µg);
D	est le facteur de dilution, en millilitres (ml), habituellement 1; une dilution est nécessaire si l'aire déterminée pour l'échantillon se situe en dehors de la plage de la courbe d'étalonnage;
m	est la masse de cuir pesée, en grammes (g).

7 Expression des résultats

Exprimer la concentration de formaldéhyde à 0,1 mg/kg près sur la base de la masse de l'échantillon de cuir soumis à essai.

Si les résultats doivent être exprimés sur la base d'une substance sèche, multiplier les résultats ci-dessus par le facteur $100/(100 - w)$, où w est la teneur en eau, exprimée en pourcentage (%), conformément à