

NORME ISO
INTERNATIONALE 17226-1
IULTCS/IUC 19-1

Deuxième édition
2018-12

**Cuir — Dosage chimique du
formaldéhyde —**

Partie 1:
**Méthode par chromatographie en
phase liquide à haute performance**

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

[ISO 17226-1:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cecb81f-94dd-457b-b75b-4759c711fcc2/iso-17226-1-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cecb81f-94dd-457b-b75b-4759c711fcc2/iso-17226-1-2018>



Numéros de référence
ISO 17226-1:2018(F)
IULTCS/IUC 19-1:2018(F)

© ISO 2018

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 17226-1:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cecb81f-94dd-457b-b75b-4759c711fcc2/iso-17226-1-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cecb81f-94dd-457b-b75b-4759c711fcc2/iso-17226-1-2018>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

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
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 Termes et définitions	1
4 Conformité	1
5 Principe	2
6 Réactifs	2
6.1 Réactifs pour la solution mère de formaldéhyde.....	2
6.2 Réactifs pour la méthode par CLHP.....	2
7 Appareillage	2
8 Modes opératoires	3
8.1 Mode opératoire pour le dosage du formaldéhyde dans la solution mère.....	3
8.1.1 Préparation de la solution mère de formaldéhyde.....	3
8.1.2 Dosage.....	3
8.2 Mode opératoire pour le dosage du formaldéhyde dans le cuir par CLHP.....	4
8.2.1 Échantillonnage et préparation des échantillons.....	4
8.2.2 Extraction.....	4
8.2.3 Réaction avec la DNPH.....	4
8.2.4 Étalonnage de la CLHP.....	4
8.2.5 Calcul de la teneur en formaldéhyde dans les échantillons de cuir.....	5
8.2.6 Dopage — détermination du taux de récupération.....	5
9 Expression des résultats	6
10 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Fidélité: fiabilité de la méthode chromatographique CLHP	7
Annexe B (informative) Conditions de CLHP	8
Bibliographie	9

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 le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

Le présent document a été élaboré 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, fondée en 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 deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 17226-1:2008), qui a fait l'objet d'une révision technique concernant les points suivants:

- l'ancien Article 2 est devenu [l'Article 4](#), un nouvel [Article 3](#), *Termes et définitions*, a été introduit et les articles suivants ont été renumérotés;
- les [paragraphes 6.1.1, 6.2.1, 7.4, 7.6, 8.2.2, 8.2.3, 8.2.4.1, 8.2.4.2 et 8.2.6](#) ont fait l'objet de modifications techniques;
- les conditions de CLHP recommandées, qui figuraient précédemment en 7.2.4, ont été déplacées pour former [l'Annexe B](#), informative.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 17226 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17226-1:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cecb81f-94dd-457b-b75b-4759c711fcc2/iso-17226-1-2018>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17226-1:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cecb81f-94dd-457b-b75b-4759c711fcc2/iso-17226-1-2018>

Cuir — Dosage chimique du formaldéhyde —

Partie 1:

Méthode par chromatographie en phase liquide à haute performance

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode permettant de doser le formaldéhyde libre et le formaldéhyde dégagé dans les cuirs. Cette méthode, fondée sur la chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP), est sélective et insensible aux extraits colorés; elle est destinée à obtenir une quantification précise du formaldéhyde.

La teneur en formaldéhyde est définie comme étant la quantité de formaldéhyde libre et de formaldéhyde extrait par hydrolyse contenue dans un extrait d'eau provenant du cuir dans des conditions normalisées.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte 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 17226-1:2018
ISO 2418, *Cuir — Essais chimiques, physiques, mécaniques et de solidité — Emplacement de l'échantillonnage*
ISO 3696, *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*

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 Conformité

En cas de comparaison avec l'ISO 17226-2, il convient que les deux méthodes d'analyse présentent des tendances similaires, mais pas nécessairement le même résultat absolu. Par conséquent, en cas de litige, on doit de préférence utiliser la méthode décrite dans le présent document plutôt que celle de l'ISO 17226-2. Pour de plus amples informations, voir l'[Annexe A](#).

5 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 détergente 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 (355 ± 5) nm et quantifiées.

6 Réactifs

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

6.1 Réactifs pour la solution mère de formaldéhyde

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

Des solutions de formaldéhyde ou de formaldéhyde-2,4-DNPH certifiées sont disponibles dans le commerce. Lorsque de telles solutions sont utilisées, l'application du mode opératoire décrit en 8.1.2 est facultative.

6.1.2 Solution d'iode, 0,05 mol/l, c'est-à-dire 12,68 g d'iode par litre.

6.1.3 Solution d'hydroxyde de sodium, 2,0 mol/l.

6.1.4 Solution d'acide sulfurique, 2,0 mol/l.

6.1.5 Solution de thiosulfate de sodium, 0,1 mol/l.

6.1.6 Solution d'amidon, 1 %, c'est-à-dire 1 g dans 100 ml d'eau.

6.2 Réactifs pour la méthode par CLHP

6.2.1 Solution de dodécylsulfonate de sodium ou de dodécylsulfate de sodium (solution détergente), 0,1 %, 1 g dans 1 000 ml d'eau.

6.2.2 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].)

6.2.3 Acétonitrile de qualité CLHP.

7 Appareillage

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

7.1 Fioles jaugées, de 10 ml, 500 ml et 1 000 ml de capacité.

7.2 Fioles Erlenmeyer, de 100 ml et 250 ml de capacité.

7.3 Crépine avec filtre en fibre de verre, GF8 (ou crépine filtrante en verre G 3, diamètre de 70 mm à 100 mm).

7.4 Bain-marie, réglé par thermostat à $(40 \pm 1) ^\circ\text{C}$, équipé d'un secoueur de fioles présentant une fréquence de $(50 \pm 10) \text{ min}^{-1}$.

7.5 Thermomètre, gradué de $10 ^\circ\text{C}$ à $50 ^\circ\text{C}$ avec des graduations de $0,1 ^\circ\text{C}$.

7.6 Système CLHP à détection UV, $(355 \pm 5) \text{ nm}$, ou tout autre appareillage validé.

7.7 Filtre à membrane, polyamide, $0,45 \mu\text{m}$.

7.8 Balance analytique, d'une exactitude de mesure de $0,1 \text{ mg}$.

8 Modes opératoires

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

8.1.1 Préparation de la solution mère de formaldéhyde

À l'aide d'une pipette, introduire 5 ml de la solution de formaldéhyde (6.1.1) dans une fiole jaugée de $1\ 000 \text{ ml}$ (7.1) contenant approximativement 100 ml d'eau, puis compléter la fiole au volume avec de l'eau déminéralisée. Cette solution est la solution mère de formaldéhyde.

8.1.2 Dosage

À l'aide d'une pipette, introduire 10 ml de cette solution dans une fiole Erlenmeyer de 250 ml (7.2) et mélanger avec 50 ml de solution d'iode (6.1.2). Ajouter de l'hydroxyde de sodium (6.1.3) jusqu'à ce que la solution se colore en jaune. Laisser réagir pendant $(15 \pm 1) \text{ min}$ à une température comprise entre $18 ^\circ\text{C}$ et $26 ^\circ\text{C}$, puis ajouter 15 ml d'acide sulfurique (6.1.4) tout en agitant.

Après avoir ajouté 2 ml de solution d'amidon (6.1.6), titrer l'excès d'iode avec du thiosulfate de sodium (6.1.5) jusqu'à ce que la couleur change. Effectuer trois dosages distincts. 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 relative du formaldéhyde, $30,02 \text{ g/mol}$;

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