

NORME
INTERNATIONALE

ISO
17226-1

IULTCS
IUC 19-1

Troisième édition
2021-02

**Cuir — Dosage chimique du
formaldéhyde —**

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

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

ISO 17226-1:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/34fa525c-4f6d-46cc-8a64-c720410f69a1/iso-17226-1-2021>



Numéros de référence
ISO 17226-1:2021(F)
IULTCS/IUC 19-1:2021(F)

© ISO 2021

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 17226-1:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/34fa525c-4f6d-46cc-8a64-c720410f69a1/iso-17226-1-2021>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

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
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Conformité	1
5 Principe	2
6 Réactifs	2
7 Appareillage	2
8 Échantillonnage	3
9 Préparation et analyse des échantillons	3
9.1 Mode opératoire pour le dosage du formaldéhyde dans la solution mère.....	3
9.1.1 Préparation de la solution mère de formaldéhyde.....	3
9.1.2 Dosage.....	3
9.2 Mode opératoire pour le dosage du formaldéhyde dans le cuir par CLHP.....	4
9.2.1 Extraction du cuir.....	4
9.2.2 Dérivation avec la DNPH et dosage du formaldéhyde dans le cuir par CLHP.....	4
9.2.3 Étalonnage de la CLHP.....	4
10 Expression des résultats	5
10.1 Calcul de la teneur en formaldéhyde dans les échantillons de cuir.....	5
10.2 Dopage — détermination du taux de récupération.....	5
10.3 Expression des résultats.....	6
10.4 Fidélité.....	6
11 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Fidélité: fiabilité de la méthode par 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 www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par la Commission d'essais chimiques de l'Union internationale des sociétés de techniciens et chimistes du cuir (commission IUC, IULTCS), en collaboration avec le Comité technique CEN/TC 289, *Cuir*, du Comité européen de normalisation (CEN), dont le secrétariat est tenu par l'UNI, conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne). Le présent document est techniquement équivalent 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 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.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 17226-1:2018), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- Réorganisation de la liste des réactifs figurant à l'[Article 6](#).
- Modification de la composition de la solution de dinitrophénylhydrazine (DNPH) ([6.10](#)). Elle ne contient plus d'acide *o*-phosphorique concentré. En effet, dans des conditions acides, certains agents et résines de tannage synthétiques extraits peuvent continuer à libérer du formaldéhyde au fil du temps, ce qui aboutit à des résultats faussement élevés.
- Augmentation, en [9.2.2](#), de la durée et de la température de réaction, à 180 min et 50 °C respectivement. En effet, en raison de la modification de composition de la solution de DNPH ([6.10](#)), les durées de

réaction fixées dans l'édition précédente n'ont plus lieu d'être. Les textes figurant en [9.2.2](#), [9.2.3.1](#) et [9.2.3.2](#) ont donc été modifiés en conséquence.

- Ajout d'un nouvel [Article 10](#).
- Présentation, à l'[Annexe A](#), des résultats d'un nouvel essai collaboratif interlaboratoires.
- Révision technique de l'[Annexe B](#).

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 17226-1:2021](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/34fa525c-4f6d-46cc-8a64-c720410f69a1/iso-17226-1-2021>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17226-1:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/34fa525c-4f6d-46cc-8a64-c720410f69a1/iso-17226-1-2021>

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, s'appuyant 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 d'utilisation normalisées.

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).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/34fa525c-4f6d-46cc-8a64-223476921630/iso-17226-1-2021>

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

La présente méthode d'analyse et celle de l'ISO 17226-2, lorsqu'elles sont comparées, sont censées présenter des tendances similaires, mais pas nécessairement les mêmes résultats absolus. Par conséquent, en cas de litige, la méthode décrite dans le présent document doit être préférée à celle de l'ISO 17226-2.

5 Principe

Le processus est sélectif. Le formaldéhyde est séparé et quantifié comme un dérivé d'autres aldéhydes et d'autres cétones par CLHP. 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 (DNPH), ce qui provoque la réaction des aldéhydes et des cétones qui produisent les hydrazones respectives. Celles-ci sont séparées par CLHP en phase inverse avec détecteur à ultraviolets (UV) ou détecteur à barrette de diodes (DAD).

6 Réactifs

Sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue. Toutes les solutions sont des solutions aqueuses.

6.1 Eau de qualité 3, conformément à l'ISO 3696.

6.2 Solution de formaldéhyde, n° CAS 50-00-0, 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 [9.1](#) est facultative.

6.3 Solution d'iode, n° CAS 7553-56-2, 0,05 mol/l, c'est-à-dire 12,68 g d'iode par litre.

6.4 Solution d'hydroxyde de sodium, n° CAS 1310-73-2, 2,0 mol/l.

6.5 Solution d'acide sulfurique, n° CAS 7664-93-9, 2,0 mol/l.

6.6 Solution de thiosulfate de sodium, n° CAS 10102-17-7, 0,1 mol/l.

6.7 Solution d'amidon, n° CAS 9005-84-9, 1 %, c'est-à-dire 1 g dans 100 ml d'eau.

6.8 Acétonitrile, n° CAS 75-05-8, de qualité CPL.

6.9 Solution de dodécylsulfonate de sodium, n° CAS 2386-53-0, ou de **dodécylsulfate de sodium**, n° CAS 151-21-3 (solution détergente), 0,1 %, 1 g dans 1 000 ml d'eau.

6.10 Solution de dinitrophénylhydrazine (DNPH), n° CAS 119-26-6, composée de 0,3 g de DNPH (2,4-dinitrophénylhydrazine) dissous dans 100 ml d'acétonitrile ([6.8](#)).

7 Appareillage

Utiliser le matériel de laboratoire courant et, en particulier, ce qui suit:

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

7.2 Fioles coniques avec bouchon ou capuchon à vis, de 100 ml et 250 ml.

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

7.4 Bain-marie, à contrôle thermostatique pour (40 ± 2) °C, équipé d'un secoueur de fioles disposant d'une fréquence de (50 ± 10) r/min.

7.5 Bain-marie ou étuve, à contrôle thermostatique pour (50 ± 2) °C.

7.6 Système CLHP à détection UV ou détection DAD.

7.7 Filtre à membrane, par exemple: polyamide, 0,45 µm.

7.8 Balance analytique, d'une exactitude de pesage de 0,1 mg.

8 Échantillonnage

Si possible, réaliser l'échantillonnage conformément à l'ISO 2418. S'il est impossible d'effectuer l'échantillonnage conformément à l'ISO 2418 (par exemple, pour des cuirs issus de produits finis tels que des chaussures ou des vêtements), fournir des détails sur la réalisation de l'échantillonnage dans le rapport d'essai. Les résidus de colle doivent être éliminés mécaniquement des échantillons de cuir.

Découper l'échantillon de cuir en pièces conformément à l'ISO 4044.

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

iTeh STANDARD PREVIEW

9 Préparation et analyse (des échantillons) (standards.iteh.ai)

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

ISO 17226-1:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/34fa525c-4f6d-46cc-8a64-

9.1.1 Préparation de la solution mère de formaldéhyde c720410f69a1/iso-17226-1-2021

À l'aide d'une pipette, introduire 5 ml de la solution de formaldéhyde (6.2) dans une fiole jaugée de 1 000 ml (7.1) contenant approximativement 100 ml d'eau (6.1), et compléter la fiole au volume avec de l'eau (6.1). Cette solution est la solution mère de formaldéhyde.

9.1.2 Dosage

À l'aide d'une pipette, introduire 10 ml de cette solution dans une fiole conique de 250 ml (7.2) et mélanger avec 50 ml de solution d'iode (6.3). Ajouter de l'hydroxyde de sodium (6.4) 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, et ajouter 15 ml d'acide sulfurique (6.5) tout en agitant.

Ajouter 2 ml de solution d'empois d'amidon (6.7) et titrer l'iode en excès avec du thiosulfate de sodium (6.6) jusqu'à virage de la couleur. Effectuer trois dosages distincts.

Titre au moins deux solutions à blanc de la même manière.

La concentration de la solution mère de formaldéhyde est calculée selon la [Formule \(1\)](#).

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

où

- ρ_{FA} est la concentration de la solution mère de formaldéhyde, en milligrammes par 10 ml (mg/10 ml);
- V_0 est le 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 g/mol;
- c_1 est la concentration de la solution de thiosulfate, en moles par litre (mol/l).

9.2 Mode opératoire pour le dosage du formaldéhyde dans le cuir par CLHP

9.2.1 Extraction du cuir

Peser ($2 \pm 0,1$) g de pièces de cuir, à 0,01 g près, dans une fiole conique de 100 ml.

Ajouter 50 ml de solution détergente (6.9) (préalablement préchauffée à 40 °C) et fermer la fiole conique à l'aide d'un bouchon ou d'un capuchon à vis. Agiter le contenu de la fiole dans le bain-marie (7.4) pendant (60 ± 2) min à (40 ± 2) °C. Filtrer immédiatement la solution d'extrait chaude. Par exemple, filtration sous vide (50 mbar au minimum), au moyen d'un filtre en fibre de verre (7.3) dans une fiole. Laisser refroidir le filtrat dans une fiole fermée, à température ambiante (entre 18 °C et 26 °C).

Ne pas modifier le rapport cuir-solution. Il convient d'effectuer les étapes d'extraction et de dérivation au cours de la même journée.

9.2.2 Dérivation avec la DNPH et dosage du formaldéhyde dans le cuir par CLHP

À l'aide d'une pipette, introduire 4,0 ml d'acétonitrile (6.8), une aliquote de 5,0 ml de l'éluat filtré (9.2.1) et 0,5 ml de solution de DNPH (6.10) dans une fiole jaugée de 10 ml (7.1). Mettre la fiole au bain-marie ou dans l'étuve (7.5), après préchauffage à (50 ± 2) °C, pendant (180 ± 5) min. Laisser refroidir la fiole à température ambiante (entre 18 °C et 26 °C). Compléter la fiole jaugée au volume avec de l'eau (6.1) et agiter brièvement à la main pour mélanger les composants. Si nécessaire, filtrer au moyen d'un filtre à membrane (7.7) et analyser ensuite l'échantillon par CLHP (7.6). Des suggestions de conditions de CLHP appropriées sont fournies à l'Annexe B.

Pour les teneurs élevées en formaldéhyde (>100 mg/kg), compléter à 5 ml, avec de l'eau (6.1), les aliquotes inférieures à 5 ml. Exemple de mode opératoire pour une teneur en formaldéhyde d'environ 500 mg/kg: à l'aide d'une pipette, introduire 4,0 ml d'acétonitrile (6.8), une aliquote de 0,5 ml de l'éluat filtré (9.2.1), et ajouter 4,5 ml d'eau (6.1) et 0,5 ml de solution de DNPH (6.10) dans une fiole jaugée de 10 ml (7.1). Ensuite, suivre le mode opératoire décrit au précédent alinéa.

9.2.3 Étalonnage de la CLHP

9.2.3.1 Étalonnage avec la solution mère de formaldéhyde

Dans une fiole jaugée de 500 ml (7.1) préalablement remplie avec environ 100 ml d'eau (6.1), introduire, à l'aide d'une pipette, 1 ml de la solution mère de formaldéhyde obtenue en 9.1.1, présentant une teneur en formaldéhyde connue avec précision. Mélanger, compléter au volume avec de l'eau (6.1), et mélanger de nouveau. Cette solution est la solution étalon à utiliser pour l'étalonnage, c'est-à-dire la solution étalon contenant environ 4 µg de formaldéhyde par millilitre.

Au moins quatre solutions d'étalonnage doivent être utilisées. Introduire 4 ml d'acétonitrile (6.8) dans chacune de quatre fioles jaugées de 10 ml (7.1) et, ensuite, ajouter la solution étalon de manière à couvrir la plage de concentrations du formaldéhyde comprise entre 0,1 µg/ml et 2,0 µg/ml. (Cela correspond à une plage de concentrations du formaldéhyde dans le cuir comprise entre 5 mg/kg et 100 mg/kg de cuir, dans les conditions données.)

Immédiatement après l'ajout de la solution d'étalonnage, mélanger chaque fiole et y ajouter 0,5 ml de solution de DNPH (6.10).