
NORME INTERNATIONALE



4614

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Plastiques — Pièces moulées à base de résine mélamine-formaldéhyde — Détermination du formaldéhyde extractible

Plastics — Melamine-formaldehyde mouldings — Determination of extractable formaldehyde

Première édition — 1977-07-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4614:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/78502fdc-4bf4-43b0-9074-6fdc4b8611f0/iso-4614-1977>

CDU 678.652'737'21-48 : 678.019

Réf. no : ISO 4614-1977 (F)

Descripteurs : matière plastique, pièce coulée, résine mélamine, industrie alimentaire, conditionnement des aliments, analyse chimique, dosage, formaldéhyde, méthode par extraction.

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 4614 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Matières plastiques*, et a été soumise aux comités membres en décembre 1975.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 4614:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/78502fdc-4b44-43b0-9074-6fdc4b861119/iso-4614-1977)

Allemagne	Hongrie	Portugal
Australie	Inde	Roumanie
Autriche	Iran	Royaume-Uni
Belgique	Irlande	Suède
Brésil	Israël	Suisse
Canada	Japon	Tchécoslovaquie
Espagne	Mexique	Turquie
Finlande	Pays-Bas	Yougoslavie
France	Pologne	

Les comités membres des pays suivants l'ont désapprouvée pour des raisons techniques :

U.R.S.S.
U.S.A.

Plastiques — Pièces moulées à base de résine mélamine-formaldéhyde — Détermination du formaldéhyde extractible

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination du formaldéhyde extractible dans les pièces moulées en matière à base de mélamine-formaldéhyde, destinées à l'usage au contact avec les denrées alimentaires et les boissons.

2 PRINCIPE

Certains liquides, dont les constituants simulent les aliments solides ou liquides courants, sont mis en contact avec les échantillons dans des conditions définies. La teneur en formaldéhyde du liquide est alors déterminée et la quantité de formaldéhyde extraite par unité d'aire de la surface en contact avec la pièce moulée est calculée. Deux modes opératoires pour la détermination du formaldéhyde dans le liquide sont décrits.

3 RÉFÉRENCE

ISO 2227, *Solutions de formaldéhyde à usage industriel — Dosage du formaldéhyde.*

4 ÉPROUVETTES

4.1 Forme

Des récipients moulés, par exemple des gobelets ou des tasses, dont la surface intérieure a une aire de 150 à 250 cm² et dont la capacité est de 150 à 250 cm³, conviennent comme éprouvettes. Le quotient du nombre exprimant, en centimètres carrés, l'aire de la surface mouillée par celui exprimant, en centimètres cubes, le volume de liquide doit être compris entre 0,75 et 1.

4.2 Nombre

Six éprouvettes sont nécessaires. La détermination s'effectue en double avec chacun des trois liquides d'extraction (voir chapitre 5).

5 LIQUIDES D'EXTRACTION

5.1 Eau, distillée ou déionisée.

5.2 Acide acétique : solution à 30 g/l d'acide acétique cristallisable dans de l'eau distillée.

5.3 Éthanol : solution à 100 g/l d'éthanol dans de l'eau distillée.

6 EXTRACTION

Rincer le récipient-éprouvette avec de l'eau distillée chaude et le sécher parfaitement.

Verser dans le récipient-éprouvette, celui-ci étant à la température ambiante, la quantité convenable (voir 4.1) de liquide d'extraction à 80 °C. Recouvrir le récipient avec un verre de montre, afin d'empêcher toute évaporation et toute contamination, et le laisser à l'air durant 30 min à la température ambiante du laboratoire.

Transférer la solution d'extraction (sans rincer) dans une fiole conique de 250 ml, boucher et laisser refroidir dans un bain d'eau froide à 20 ± 0,5 °C.

Procéder immédiatement à la détermination du formaldéhyde en suivant le mode opératoire A (7.3.2) ou le mode opératoire B (8.3.2).

7 DÉTERMINATION DU FORMALDÉHYDE : MODE OPÉRATOIRE A

7.1 Réactifs

7.1.1 Tous les réactifs, y compris l'eau distillée et les liquides d'extraction, doivent être exempts de formaldéhyde en quantité détectable par la méthode décrite.

7.1.1.1 Eau, distillée ou déionisée.

7.1.1.2 Sel disodique de l'acide chromotrope (sel disodique de l'acide dihydroxy-4,5 naphthalène disulfonique-2,7), solution.

Dissoudre 0,50 g de sel disodique d'acide chromotrope dans 50 ml d'eau distillée. Transférer la solution dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter jusqu'au repère. Préparer cette solution à nouveau chaque jour.

7.1.1.3 Formaldéhyde, solutions.

Toutes les solutions doivent être préparées à 20 °C.

7.1.1.3.1 Formaldéhyde, solution-mère.

Introduire au moyen d'une pipette 25,0 ml de formaline industrielle (contenant approximativement 400 g/l de

formaldéhyde) dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter jusqu'au repère avec de l'eau distillée. Déterminer la concentration en formaldéhyde de cette solution mère en utilisant la méthode décrite dans l'ISO 2227.

Cette solution ne doit pas être conservée plus d'une semaine.

7.1.1.3.2 Formaldéhyde, solution diluée A.

Introduire au moyen d'une pipette 10,0 ml de la solution mère de formaldéhyde (7.1.1.3.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter jusqu'au repère avec le liquide d'extraction (chapitre 5) à utiliser. Mélanger parfaitement.

7.1.1.3.3 Formaldéhyde, solution diluée B (approximativement 10 mg/l).

Introduire au moyen d'une pipette 10,0 ml de la solution A (7.1.1.3.2) dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter jusqu'au repère avec le liquide d'extraction (chapitre 5) à utiliser.

NOTE — La concentration exacte en formaldéhyde de la solution B peut se calculer d'après la teneur connue de la solution mère (7.1.1.3.1).

Les solutions A et B doivent être préparées juste avant l'usage.

7.1.1.4 Acide sulfurique concentré, 81 % (m/m), de qualité analytique.

7.2 Appareillage

7.2.1 Tubes à essais, munis d'un bouchon à l'émeri.

7.2.2 Bain d'eau à 60 °C.

7.2.3 Bain d'eau froide à 20 ± 0,5 °C.

7.2.4 Spectrophotomètre dans le domaine du visible, avec cuves en verre de 10 mm de parcours optique.

7.2.5 Verrerie volumétrique

7.2.5.1 Pipettes de 1, 10 et 25 ml, conformes à l'ISO 648, classe A.

7.2.5.2 Deux burettes de 5 ml.

7.2.5.3 Burette de 50 ml, conforme à l'ISO/R 385, classe A.

7.2.5.4 Fioles jaugées de 100 et 1 000 ml, conformes à l'ISO 1042, classe A.

7.3 Mode opératoire

Effectuer pour chaque liquide d'extraction les opérations spécifiées en 7.3.1 et 7.3.2.

7.3.1 Établissement d'une courbe d'étalonnage

À l'aide des burettes de 5 ml (7.2.5.2), verser dans six tubes à essais (7.2.1) différents les volumes de la solution B (7.1.1.3.3) d'après le tableau suivant, et compléter chacun jusqu'à 1,0 ml en y ajoutant le volume approprié de liquide d'extraction (chapitre 5).

Solution B, ml	1,0	0,8	0,6	0,4	0,2	0,1
Liquide d'extraction, ml	0	0,2	0,4	0,6	0,8	0,9

Cela permettra d'obtenir l'équivalent de solutions contenant approximativement 10 à 1 µg/ml de formaldéhyde. Dans chacun des tubes à essais, introduire au moyen d'une pipette 1,0 ml de la solution de sel disodique d'acide chromotrope (7.1.1.2) et ajouter lentement, en secouant, 8,0 ml de l'acide sulfurique (7.1.1.4) à l'aide d'une burette (7.2.5.3). Mélanger parfaitement en secouant et boucher chaque tube. Placer les tubes dans le bain d'eau à 60 °C durant 30 min. Retirer les tubes du bain d'eau et les laisser à la température ambiante du laboratoire durant 45 à 60 min (solutions C).

Transférer successivement une partie de chaque solution C dans une cuve en verre de 10 mm et mesurer son degré d'absorption à 570 nm par rapport à l'eau distillée.

Effectuer un essai à blanc sur les réactifs seuls, en utilisant 1,0 ml du liquide d'extraction (chapitre 5) au lieu de la solution de formaldéhyde.

Tracer une courbe en portant l'absorption (cuve de 10 mm) en ordonnée et la concentration en formaldéhyde (µg/ml) en abscisse. Cette courbe doit être une ligne droite passant par l'origine des coordonnées.

7.3.2 Détermination du formaldéhyde

Introduire au moyen d'une pipette 1,0 ml de l'extrait (chapitre 6) (voir note ci-dessous) et 1,0 ml de la solution de sel disodique d'acide chromotrope (7.1.1.2) dans un tube à essais et ajouter lentement, en secouant, 8,0 ml de l'acide sulfurique (7.1.1.4) à l'aide d'une burette (7.2.5.3). Mélanger parfaitement en secouant et boucher le tube. Placer le tube dans le bain d'eau à 60 °C durant 30 min. Retirer le tube du bain d'eau et le laisser à la température ambiante du laboratoire durant 45 à 60 min (solution C).

Transférer une partie de la solution C dans une cuve en verre de 10 mm et mesurer son degré d'absorption à 570 nm par rapport à l'eau distillée.

Préparer une solution témoin en traitant 1,0 ml du liquide d'extraction (chapitre 5) de la même façon que l'extrait.

Noter le degré d'absorption et en déduire la concentration en formaldéhyde d'après la courbe d'étalonnage.

NOTE — Ce mode opératoire exige que la teneur en formaldéhyde des extraits soit comprise entre 1,0 et 10,0 µg/ml. Si à l'examen la teneur en formaldéhyde de l'extrait s'avère dépasser 10 µg/ml, il faudra diluer l'extrait et utiliser 1 ml de cet extrait dilué pour la détermination.

8 DÉTERMINATION DU FORMALDÉHYDE : MODE OPÉRATOIRE B

8.1 Réactifs

8.1.1 Tous les réactifs, y compris l'eau distillée et les liquides d'extraction, doivent être exempts de formaldéhyde en quantité détectable par la méthode décrite.

8.1.1.1 Eau, distillée ou déionisée.

8.1.1.2 Acétylacétone, solution.

Dissoudre 150 g d'acétate d'ammonium dans de l'eau distillée et ajouter 3,0 ml d'acide acétique cristallisable et 2,0 ml d'acétylacétone. Transférer la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter jusqu'au repère avec de l'eau distillée. Préparer une solution fraîche chaque jour.

8.1.1.3 Formaldéhyde, solutions.

Toutes les solutions doivent être préparées à 20 °C.

8.1.1.3.1 Formaldéhyde, solution mère.

Introduire au moyen d'une pipette 25,0 ml de formaline industrielle (contenant approximativement 400 g/l de formaldéhyde) dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter jusqu'au repère avec de l'eau distillée. Déterminer la concentration en formaldéhyde de cette solution mère en utilisant la méthode décrite dans l'ISO 2227.

Cette solution ne doit pas être conservée plus d'une semaine.

8.1.1.3.2 Formaldéhyde, solution diluée A.

Introduire au moyen d'une pipette 10,0 ml de la solution mère de formaldéhyde (8.1.1.3.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter jusqu'au repère avec le liquide d'extraction (chapitre 5) à utiliser. Mélanger parfaitement.

8.1.1.3.3 Formaldéhyde, solution diluée B (approximativement 10 mg/l).

Introduire au moyen d'une pipette 10,0 ml de la solution A (8.1.1.3.2) dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter jusqu'au repère avec le liquide d'extraction (chapitre 5) à utiliser.

NOTE — La concentration exacte en formaldéhyde de la solution B peut se calculer d'après la teneur connue de la solution mère (8.1.1.3.1).

Les solutions A et B doivent être préparées juste avant l'usage.

8.2 Appareillage

8.2.1 Tubes à essais, munis d'un bouchon à l'émeri.

8.2.2 Bain d'eau à 60 °C.

8.2.3 Bain d'eau froide à 20 ± 0,5 °C.

8.2.4 Spectrophotomètre dans le domaine du visible, avec cuves en verre de 10 mm de parcours optique.

8.2.5 Verrerie volumétrique

8.2.5.1 Pipettes de 5, 10 et 25 ml, conformes à l'ISO 648, classe A.

8.2.5.2 Deux burettes de 5 ml.

8.2.5.3 Burette de 50 ml, conforme à l'ISO/R 385, classe A.

8.2.5.4 Fioles jaugées de 100 et 1 000 ml, conformes à l'ISO 1042, classe A.

8.3 Mode opératoire

Effectuer pour chaque liquide d'extraction les opérations spécifiées en 8.3.1 et 8.3.2.

8.3.1 Établissement d'une courbe d'étalonnage

À l'aide des burettes de 5 ml (8.2.5.2), verser dans six tubes à essais (8.2.1) différents les volumes de la solution B (8.1.1.3.3) d'après le tableau suivant, et compléter chacun jusqu'à 5,0 ml en y ajoutant le volume approprié de liquide d'extraction (chapitre 5).

Solution B, ml	4,0	3,0	2,0	1,0	0,5	0,25
Liquide d'extraction, ml	1,0	2,0	3,0	4,0	4,5	4,75

Cela permettra d'obtenir l'équivalent de solutions contenant approximativement 8 à 0,5 µg/ml de formaldéhyde. Dans chacun des tubes à essais, introduire au moyen d'une pipette 5,0 ml de la solution d'acétylacétone (8.1.1.2). Mélanger parfaitement en secouant et boucher chaque tube. Placer les tubes dans le bain d'eau à 60 °C durant 20 min. Retirer les tubes du bain d'eau et les laisser à la température ambiante du laboratoire durant 45 à 60 min (solutions C).

Transférer successivement une partie de chaque solution C dans une cuve en verre de 10 mm et mesurer son degré d'absorption à 415 nm par rapport à l'eau distillée.

Effectuer un essai à blanc sur les réactifs seuls, en utilisant 5,0 ml du liquide d'extraction (chapitre 5) au lieu de la solution de formaldéhyde.

Tracer une courbe en portant l'absorption (cuve de 10 mm) en ordonnée et la concentration en formaldéhyde (µg/ml) en abscisse. Cette courbe doit être une ligne droite passant par l'origine des coordonnées.

8.3.2 Détermination du formaldéhyde

Introduire au moyen d'une pipette 5,0 ml de l'extrait (chapitre 6) (voir note ci-après) et 5,0 ml de la solution d'acétylacétone (8.1.1.2) dans un tube à essais. Mélanger parfaitement en secouant et boucher le tube. Placer le tube

dans le bain d'eau à 60 °C durant 20 min. Retirer le tube du bain d'eau et le laisser à la température ambiante du laboratoire durant 45 à 60 min (solution C).

Transférer une partie de la solution C dans une cuve en verre de 10 mm et mesurer son degré d'absorption à 415 nm par rapport à l'eau distillée.

Préparer une solution témoin en traitant 5,0 ml du liquide d'extraction (chapitre 5) de la même façon que l'extrait.

Noter le degré d'absorption et en déduire la concentration en formaldéhyde d'après la courbe d'étalonnage.

NOTE — Ce mode opératoire exige que la teneur en formaldéhyde des extraits soit comprise entre 0,5 et 8,0 µg/ml. Si à l'examen la teneur en formaldéhyde de l'extrait s'avère dépasser 8 µg/ml, il faudra diluer l'extrait et utiliser 5 ml de cet extrait dilué pour la détermination.

9 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Déduire la teneur en formaldéhyde de l'extrait initial suivant le degré d'absorption de la solution d'extraction.

On a alors :

1) formaldéhyde extrait (µg/ml de liquide d'extraction)

$$= a \times f$$

2) formaldéhyde extrait (µg/cm² d'aire de l'éprouvette)

$$= \frac{a \times V \times f}{A}$$

où

a est la teneur en formaldéhyde, en microgrammes par millilitre, de la solution d'essai;

f est le facteur de dilution (si nécessaire d'après la note en 7.3.2 et 8.3.2);

V est le volume total, en millilitres, du liquide d'extraction utilisé;

A est l'aire, en centimètres carrés, de la surface de l'éprouvette en contact avec le liquide d'extraction.

Pour chaque liquide d'extraction, calculer les résultats individuels de chaque essai pour les deux déterminations.

10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) la référence de la présente Norme internationale;
- b) l'identification complète du produit soumis à l'essai;
- c) la description de l'éprouvette, la forme, la capacité et le rapport de l'aire de la surface humide au volume du liquide;
- d) les conditions de moulage, le temps et la température de cuisson;
- e) le mode opératoire suivi (A ou B);
- f) les résultats individuels de chaque essai.



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4614:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/78502fdc-4bf4-43b0-9074-6fdc4b8611f0/iso-4614-1977>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4614:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/78502fdc-4bf4-43b0-9074-6fdc4b8611f0/iso-4614-1977>