
Textiles — Dosage du formaldéhyde —

Partie 1:

Formaldéhyde libre et hydrolysé (méthode par
extraction d'eau)

*Textiles — Determination of formaldehyde —
Part 1: Free and hydrolyzed formaldehyde (water extraction method)*
(standards.iteh.ai)

[ISO 14184-1:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de70d3a7-a147-41bb-abad-36067719005a/iso-14184-1-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de70d3a7-a147-41bb-abad-36067719005a/iso-14184-1-1998>



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 3.

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 de la présente partie de l'ISO 14184 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.

La Norme internationale ISO 14184-1 a été élaborée par le Comité européen de normalisation (CEN) en collaboration avec le comité technique ISO/TC 38, *Textiles*, conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Tout au long du texte de la présente norme, lire «...la présente norme européenne...» avec le sens de «...la présente Norme internationale...».

L'ISO 14184 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Textiles — Dosage du formaldéhyde*:

- *Partie 1: Formaldéhyde libre et hydrolysé (méthode par extraction d'eau)*
- *Partie 2: Formaldéhyde dégagé (méthode par absorption de vapeur)*

L'annexe A constitue un élément normatif de la présente partie de l'ISO 14184. L'annexe B est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1998

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'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

Sommaire

	Avant-propos	iii
1	Domaine d'application	1
2	Références normatives	1
3	Principe	1
4	Réactifs	2
5	Appareillage	2
6	Préparation de la solution étalon et étalonnage	3
7	Préparation et conditionnement des éprouvettes	4
8	Mode opératoire	4
9	Calcul et expression des résultats	6
10	Rapport d'essai	7
	Annexe A (normative) Titrage de la solution mère de formaldéhyde	8
	Annexe B (informative) Informations concernant la justesse de la méthode	10

Avant-propos

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Le texte de l'EN ISO 14184-1:1998 a été élaboré par le Comité Technique CEN/TC 248 "Textiles et produits textiles" dont le secrétariat est tenu par le BSI, en collaboration avec le Comité Technique ISO/TC 38 "Textiles".

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de70d3a7-a147-41bb-abad-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de70d3a7-a147-41bb-abad-36067719005a/iso-14184-1-1998)

Cette norme européenne devra recevoir le statut de norme nationale, soit par publication d'un texte identique, soit par entérinement, au plus tard en juin 1999, et toutes les normes nationales en contradiction devront être retirées au plus tard en juin 1999.

Selon le Règlement Intérieur du CEN/CENELEC, les instituts de normalisation nationaux des pays suivants sont tenus de mettre cette norme européenne en application: Allemagne, Autriche, Belgique, Danemark, Espagne, Finlande, France, Grèce, Irlande, Islande, Italie, Luxembourg, Norvège, Pays-Bas, Portugal, République Tchèque, Royaume-Uni, Suède et Suisse.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14184-1:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de70d3a7-a147-41bb-abad-36067719005a/iso-14184-1-1998>

AVERTISSEMENT

La présente norme nécessite l'utilisation de substances et/ou modes opératoires qui peuvent être préjudiciables à la santé si les précautions appropriées ne sont pas prises. La présente norme ne s'adresse qu'à l'aptitude à l'emploi technique et, à aucun moment, ne décharge l'utilisateur de ses obligations légales relativement à la santé et la sécurité. Lors de son élaboration, il a été supposé que l'application des dispositions qu'elle contient incombe à des personnes expérimentées et qualifiées.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 14184 spécifie une méthode pour déterminer la quantité de formaldéhyde libre et de formaldéhyde extrait partiellement par hydrolyse selon une méthode d'extraction d'eau. La méthode peut être appliquée aux essais d'échantillons textiles quelle que soit leur forme.

Le mode opératoire prescrit est destiné à être utilisé pour déterminer les teneurs d'une étoffe en formaldéhyde libre et hydrolysé, comprises entre 20 mg/kg et 3500 mg/kg. En deçà de la limite inférieure de 20 mg/kg, le résultat est interprété comme "non détectable".

L'ISO 14184-2 donne une méthode de détermination du formaldéhyde libéré.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 14184. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 14184 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 139:1973 Textiles - Atmosphères normales de conditionnement et d'essai.

ISO 3696-1987 Eau pour laboratoire à usage analytique - Spécification et méthodes d'essai.

ISO 4793:1980 Filtres frittés de laboratoire - Echelle de porosité - Classification et désignation.

3 Principe

Extraction du formaldéhyde d'un échantillon textile dans de l'eau à 40 °C et détermination par colorimétrie de la quantité de formaldéhyde extraite.

4 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue.

4.1 Eau distillée ou eau de qualité 3 conforme à l'ISO 3696.

4.2 Réactif acétylacétone (réactif de Nash)

Mettre en solution 150 g d'ammonium dans environ 800 ml d'eau (4.1), ajouter 3 ml d'acide acétique glacial et 2 ml d'acétylacétone ; verser dans une fiole jaugée de 1000 ml et compléter au volume avec de l'eau (4.1). Conserver dans un flacon brun.

NOTE 1 : Le réactif s'assombrit légèrement au repos pendant les premières 12 h. C'est la raison pour laquelle il convient de le conserver 12 h avant utilisation. Cette condition mise à part, le réactif reste utilisable pendant une longue période, au moins 6 semaines. Étant donné que la sensibilité peut varier sur une longue période, il est d'usage d'établir une courbe d'étalonnage pour corriger ces légères variations de la courbe étalon.

4.3 Solution de formaldéhyde, environ 37 % (m/v ou m/m)

4.4 Solution à l'éthanol de dimédon

Mettre en solution 1 g de dimédon (diméthyl-dihydro-resorcinol ou diméthyl-5,5-cyclohexanedione) dans de l'éthanol et diluer à 100 ml avec de l'éthanol. À préparer immédiatement avant l'utilisation.

[ISO 14184-1:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de70d3a7-a147-41bb-abad-36067719005a/iso-14184-1-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de70d3a7-a147-41bb-abad-36067719005a/iso-14184-1-1998>

5 Appareillage

5.1 Fioles jaugées bouchées, de 50 ml, 250 ml, 500 ml et 1000 ml.

5.2 Fiole, de 250 ml, munie d'un bouchon

5.3 Pipettes jaugées, de 1 ml, 5 ml, 10 ml et 25 ml graduées tous les 5 ml.

NOTE 2 : Il est possible d'utiliser un système automatique de pipette de précision égale aux pipettes manuelles.

5.4 Burettes, de 10 ml et 50 ml.

5.5 Colorimètre photoélectrique ou spectromètre (longueur d'onde 412 nm).

5.6 Tubes à essai, tubes de colorimètre ou de spectromètre.

5.7 Bain d'eau, à (40 ± 2) °C.

5.8 Filtres, réalisés dans du verre résistant à la chaleur d'une grosseur de pore comprise entre 40 µm et 100 µm (symbole P 100 conformément à l'ISO 4793).

5.9 Balance, précise à 0,2 mg.

6 Préparation de la solution étalon et étalonnage

6.1 Préparation

Préparer environ 1500 mg/l de solution mère de formaldéhyde en diluant 3,8 ml de solution de formaldéhyde (4.3) dans un litre d'eau (4.1). Déterminer la concentration de formaldéhyde de la solution mère par la méthode de titrage spécifiée dans l'annexe A.

Enregistrer précisément la concentration de la solution mère titrée. Cette solution se conservera pendant au moins 4 semaines et servira à préparer les dilutions étalons.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6.2 Dilution

Les concentrations équivalentes de formaldéhyde dans l'éprouvette, sur la base d'une masse d'éprouvette de 1 g et 100 ml d'eau, représenteront 100 fois les concentrations précises des solutions étalons.

6.2.1 Préparation de la solution étalon (S2)

Diluer 10 ml de la solution étalon titrée (contenant 1,5 mg/ml de formaldéhyde), préparée en 6.1, avec l'eau (4.1) jusqu'à 200 ml dans une fiole jaugée. La solution contient 75 mg/l de formaldéhyde.

6.2.2 Préparation des solutions d'étalonnage

Par dilution avec l'eau (4.1) dans les fioles de 500 ml, préparer les solutions d'étalonnage à partir de la solution étalon (S2), en utilisant au moins cinq des solutions suivantes :

1 ml de S2 complété à 500 ml, contenant 0,15 µg CH₂O/ml ≡ 15 mg/kg CH₂O sur l'étoffe
2 ml de S2 complétés à 500 ml, contenant 0,30 µg CH₂O/ml ≡ 30 mg/kg CH₂O sur l'étoffe
5 ml de S2 complétés à 500 ml, contenant 0,75 µg CH₂O/ml ≡ 75 mg/kg CH₂O sur l'étoffe
10 ml de S2 complétés à 500 ml, contenant 1,50 µg CH₂O/ml ≡ 150 mg/kg CH₂O sur l'étoffe
15 ml de S2 complétés à 500 ml, contenant 2,25 µg CH₂O/ml ≡ 225 mg/kg CH₂O sur l'étoffe
20 ml de S2 complétés à 500 ml, contenant 3,00 µg CH₂O/ml ≡ 300 mg/kg CH₂O sur l'étoffe
30 ml de S2 complétés à 500 ml, contenant 4,50 µg CH₂O/ml ≡ 450 mg/kg CH₂O sur l'étoffe
40 ml de S2 complétés à 500 ml, contenant 6,00 µg CH₂O/ml ≡ 600 mg/kg CH₂O sur l'étoffe

Calculer la courbe de régression du premier degré du type $y = a + bx$ qui servira pour tous les mesurages. Si la teneur en formaldéhyde de l'éprouvette est supérieure à 500 mg/kg, diluer la solution de dosage.

NOTE 3 : Cette double dilution est nécessaire pour que les concentrations de formaldéhyde dans les solutions d'étalonnage et dans les solutions d'essais soient les mêmes. Si l'étoffe contient 20 mg/kg de formaldéhyde, extraire une éprouvette de 1,00 g avec 100 ml d'eau ; la solution contient 20 µg de formaldéhyde et en conséquence, 1 ml de la solution d'essai contient 0,2 µg de formaldéhyde.

7 Préparation et conditionnement des éprouvettes

Ne pas conditionner l'éprouvette car le séchage préalable et l'humidité du conditionnement peuvent entraîner des modifications de sa teneur en formaldéhyde. Avant les essais, conserver l'échantillon à l'abri dans un récipient.

NOTE 4 : L'échantillon peut être conservé dans un sac en polyéthylène, lui-même enveloppé dans une feuille d'aluminium. Les raisons justifiant ces précautions de conservation sont que le formaldéhyde peut s'échapper par les pores du sac. Par ailleurs, les catalyseurs ou les autres composants présents dans une étoffe finie et non lavée peuvent réagir en cas de contact direct avec la feuille.

Prélever deux éprouvettes dans l'échantillon pour essai, les découper en petits morceaux de 1 g environ et les peser à 10 mg près. Si la teneur en formaldéhyde est faible, porter la masse de l'éprouvette à 2,5 g afin d'obtenir une précision suffisante.

Placer les morceaux pesés dans une fiole à bouchon de 250 ml (5.2) et ajouter 100 ml d'eau (4.1). Fermer hermétiquement la fiole et la placer dans un bain d'eau à (40 ± 2) °C pendant (60 ± 5) min. Agiter la fiole toutes les 5 min au moins. Filtrer (5.8) et recueillir la solution dans une autre fiole.

En cas de litige, utiliser une éprouvette conditionnée en parallèle pour calculer un coefficient de correction à appliquer à la masse de l'éprouvette qui servira pour l'essai.

Prélever l'éprouvette dans l'échantillon, la peser immédiatement puis une seconde fois après le conditionnement (conformément à l'ISO 139). Utiliser les valeurs obtenues pour calculer le coefficient de correction à deux chiffres entiers et se servir de ce dernier pour le calcul de la masse conditionnée de l'éprouvette de la solution de dosage.

8 Mode opératoire

8.1 Placer 5 ml de la solution d'essai filtrée dans un tube (5.6) et 5 ml des solutions étalons de formaldéhyde dans des tubes séparés. Ajouter 5 ml de réactif acétylacétone (5.2) dans chaque tube et secouer.

8.2 Plonger les tubes à essai dans un bain d'eau à (40 ± 2) °C pendant (30 ± 5) min puis les conserver à température ambiante de la pièce pendant (30 ± 5) min. Prendre la solution de 5 ml d'acétylacétone dans 5 ml d'eau après le même traitement préalable que le réactif à blanc. A l'aide d'un spectromètre, mesurer les absorbances, par rapport à l'eau, dans une cuve d'absorption de 10 mm à une longueur d'onde de 412 nm (4.1).

8.3 Si l'on s'attend à ce que les quantités de formaldéhyde extraites des étoffes soient supérieures à 500 mg/kg, ou si les quantités calculées dans l'essai sur la base d'un rapport 5/5 sont supérieures à 500 mg/kg, diluer l'extrait pour obtenir une absorbance se situant dans l'étendue de la courbe d'étalonnage (prendre en compte le facteur de dilution dans le calcul des résultats).

8.4 Pour tenir compte des effets des impuretés éventuelles ou de décoloration dans la solution d'essai, mettre 5 ml de la solution de dosage dans un tube à essai, ajouter 5 ml d'eau (4.1) à la place de l'acétylacétone et procéder comme ci-dessus. Déterminer l'absorbance de la solution obtenue, comme ci-dessus, en utilisant de l'eau (4.1) comme témoin.

8.5 Effectuer au moins deux essais parallèles.

AVERTISSEMENT : L'exposition momentanée de la coloration jaune qui s'est développée sous la lumière directe du soleil entraînera une décoloration. Si le temps de lecture des résultats des tubes après le développement de la coloration est raisonnable (par exemple 1 h) et si la lumière solaire est importante, veiller à couvrir les tubes avec une protection exempte de formaldéhyde. Sinon, la coloration reste stable pendant un laps de temps important (au moins 12 h) et, si on le souhaite, la lecture peut être remise.

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de70d3a7-a147-41bb-abad-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de70d3a7-a147-41bb-abad-36067719005a/iso-14184-1-1998)

[36067719005a/iso-14184-1-1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de70d3a7-a147-41bb-abad-36067719005a/iso-14184-1-1998)

8.6 S'il existe un doute quant au fait que l'absorption peut ne pas être causée par le formaldéhyde mais par un agent de coloration extrait, effectuer un essai de confirmation avec le dimédon (8.7).

NOTE 5 : Le dimédon réagit avec le formaldéhyde et, par conséquent, aucune coloration causée par le formaldéhyde ne sera observée.

8.7 Pour la confirmation avec le dimédon, mettre exactement 5 ml de la solution de dosage dans un tube à essai (diluer si nécessaire, voir article 7), ajouter 1 ml de solution à l'éthanol de dimédon et secouer.

Chauffer la solution dans un bain d'eau à (40 ± 2) °C pendant (10 ± 1) min, puis ajouter 5 ml de réactif d'acétylacétone, secouer et continuer à chauffer la solution dans un bain d'eau à (40 ± 2) °C pendant (30 ± 5) min. Laisser la solution reposer à la température de la pièce pendant (30 ± 5) min. Déterminer son absorbance en utilisant une solution témoin préparée de la même manière que ci-dessus, mais avec de l'eau à la place de la solution de dosage. L'absorbance causée par le formaldéhyde à une longueur d'onde de 412 nm (4.1) disparaît.