

---

---

**Plastiques — Dispersions de polymères —  
Dosage du formaldéhyde libre**

*Plastics — Polymer dispersions — Determination of free formaldehyde*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 15373:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2a80943e-b203-4e6b-becd-2139ed2cc7c8/iso-15373-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2a80943e-b203-4e6b-becd-2139ed2cc7c8/iso-15373-2001>



**PDF — Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 15373:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2a80943e-b203-4e6b-becd-2139ed2cc7c8/iso-15373-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2a80943e-b203-4e6b-becd-2139ed2cc7c8/iso-15373-2001>

© ISO 2001

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 au 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.ch](mailto:copyright@iso.ch)  
Web [www.iso.ch](http://www.iso.ch)

Imprimé en Suisse

**Sommaire**

	Page
1 Domaine d'application .....	1
2 Références normatives .....	1
3 Principe .....	1
4 Interférences .....	2
5 Réactifs (méthodes A et B) .....	2
6 Appareillage .....	4
7 Mode opératoire .....	5
8 Calcul .....	10
9 Fidélité de la méthode B .....	11
10 Rapport d'essai .....	12
Bibliographie.....	13

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 15373:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2a80943e-b203-4e6b-becd-2139ed2cc7c8/iso-15373-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2a80943e-b203-4e6b-becd-2139ed2cc7c8/iso-15373-2001>

## 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 Norme internationale 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 15373 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 9, *Matériaux thermoplastiques*.

**ITeH STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 15373:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2a80943e-b203-4e6b-becd-2139ed2cc7c8/iso-15373-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2a80943e-b203-4e6b-becd-2139ed2cc7c8/iso-15373-2001>

# Plastiques — Dispersions de polymères — Dosage du formaldéhyde libre

**AVERTISSEMENT** — La présente Norme internationale peut impliquer l'utilisation de produits chimiques, matériaux et modes opératoires dangereux. La présente Norme internationale n'a pas la prétention d'aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de la présente Norme internationale de consulter et d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant utilisation.

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit deux méthodes pour la détermination du formaldéhyde libre (HCHO) dans les dispersions de polymères. Le mode opératoire a été évalué à l'aide de dispersions de polymères acryliques, d'acrylonitrile-butadiène, de styrène-butadiène carboxylé et d'acétate de vinyle. Ces deux méthodes d'essai peuvent également s'appliquer aux dispersions de polymères de compositions différentes.

La méthode A est la méthode recommandée pour les dispersions de polymères ayant une teneur en formaldéhyde libre supérieure à 10 mg/kg. La méthode B est recommandée lorsque des teneurs inférieures en formaldéhyde doivent être déterminées ou que des analyses d'arbitrage doivent être réalisées.

Ces deux méthodes permettent de minimiser les variations de concentration en formaldéhyde pouvant conduire à des changements de propriétés physiques ou chimiques des dispersions de polymères.

Il n'existe aucune restriction connue à ces méthodes lorsqu'elles sont utilisées comme indiqué dans la présente Norme internationale.

## 2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

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

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

## 3 Principe

Les polymères dispersés dans une dispersion de polymères sont séparés de la phase aqueuse par filtration, centrifugation ou coagulation. La solution échantillon aqueuse ainsi obtenue peut être utilisée pour déterminer directement le formaldéhyde, en utilisant la méthode A, en ajoutant comme réactif le 2,4-pentanedione (réactif de Nash) et en mesurant ensuite le coefficient d'extinction à 410 nm. La concentration en formaldéhyde est déterminée à l'aide d'une courbe d'étalonnage obtenue en traçant les coefficients d'extinction des étalons de formaldéhyde en fonction des concentrations en formaldéhyde correspondantes.

Si la méthode B est applicable pour la solution échantillon aqueuse obtenue, le formaldéhyde est séparé des autres composés par chromatographie en phase liquide sur une colonne d'octadécylméthylsilyle (C<sub>18</sub>), de type phase inverse utilisant une phase mobile aqueuse.

Le système de détection comprend un réacteur postcolonne produisant un dérivé de lutidine lors de la réaction du formaldéhyde avec le réactif 2,4-pentanedione (réactif de Nash) et un détecteur UV/visible réglé à 410 nm.

La concentration en formaldéhyde libre dans les solutions aqueuses est déterminée à l'aide des surfaces de pics des chromatogrammes du témoin et de l'échantillon (étalonnage par étalon externe). La présente méthode est spécifique au formaldéhyde.

NOTE Pour déterminer les concentrations de formaldéhyde libre dans les dispersions de polymères, il est nécessaire de réaliser la détermination sans perturber aucun équilibre entre la phase liquide et la phase polymère, susceptible de conduire à la formation de formaldéhyde ou à sa diminution. Ces deux méthodes d'essai permettent de déterminer des concentrations faibles de formaldéhyde libre dans les dispersions de polymères sans perturber les équilibres existants.

## 4 Interférences

### 4.1 Méthode A

Pour cette méthode, les composés suivants ont été identifiés comme pouvant constituer des sources potentielles d'interférences: l'acétaldéhyde et l'acide glyoxylique. Toutefois, des interférences par l'acétaldéhyde ou l'acide glyoxylique sont probables, uniquement lorsque ces substances sont présentes en quantités excédentaires (supérieures ou égales au centuple) par rapport à la concentration en formaldéhyde.

### 4.2 Méthode B

Cette méthode est extrêmement sélective pour le formaldéhyde, car les substances perturbatrices éventuelles telles que l'acétaldéhyde, l'acétone, le benzaldéhyde, le formamide, l'acide formique, l'acide glyoxylique et le propionaldéhyde sont soit séparées du formaldéhyde par chromatographie, soit ne réagissent pas avec le réactif postcolonne.

Étant donné que les dispersions de polymères ont des compositions variables, il peut se révéler nécessaire d'augmenter la durée de l'analyse pour tenir compte des composés à élution lente. Les composés qui restent dans la colonne après une analyse peuvent perturber le pic chromatographique du formaldéhyde lors des analyses ultérieures.

## 5 Réactifs (méthodes A et B)

Sauf indication contraire, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue et seulement de l'eau de qualité 1 telle que définie dans l'ISO 3696.

**5.1 Acide acétique** (CH<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>H), glacial.

**5.2 Acétate d'ammonium** (CH<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>NH<sub>4</sub>).

**5.3 Formaldéhyde** (HCHO), solution aqueuse à 37 %.

**5.4 2,4-pentanedione** (acétyle acétone) (CH<sub>3</sub>COCH<sub>2</sub>COCH<sub>3</sub>).

**5.5 Solution d'acide phosphorique**, 33 mM.

Dissoudre 2,3 ml d'acide phosphorique (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) à 85 % dans de l'eau et diluer à 1 l avec de l'eau.

**5.6 Solution de ferrocyanure de potassium trihydraté**, 36 g/l (solution Carrez I).

Dissoudre 36 g de ferrocyanure de potassium trihydraté ( $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ ) dans de l'eau, puis diluer à 1 l avec de l'eau.

#### 5.7 Sulfate de zinc heptahydraté, solution à 72 g/l (solution Carrez II).

Dissoudre 72 g de sulfate de zinc heptahydraté ( $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ ) dans de l'eau, puis diluer à 1 l avec de l'eau.

#### 5.8 Hydroxyde de sodium, 0,1 M.

Dissoudre 4 g d'hydroxyde de sodium dans de l'eau, puis diluer à 1 l avec de l'eau.

#### 5.9 Phosphate de sodium dibasique, ( $Na_2HPO_4$ ).

#### 5.10 Réactif de Nash, réactif postcolonne préparé comme suit:

**5.10.1** Mettre 62,5 g d'acétate d'ammonium (5.2) dans un flacon teinté de 1 l (6.1) contenant un agitateur. Ajouter 600 ml d'eau dans le flacon et mélanger sur un dispositif d'agitation jusqu'à la dissolution complète de l'acétate d'ammonium.

**5.10.2** À l'aide d'une pipette, prélever 7,5 ml d'acide acétique glacial (5.1) et les verser dans le flacon. À l'aide d'une pipette, prélever 5 ml de 2,4-pentanedione (5.4) et les verser dans le flacon. Ajouter 387,5 ml d'eau dans le flacon et bien mélanger (de préférence pendant 45 min).

NOTE Si nécessaire, il est également possible d'utiliser d'autres concentrations d'acétate d'ammonium, d'acide acétique glacial et de 2,4-pentanedione dans les réactifs de Nash.

Le 2,4-pentanedione étant sensible à la lumière, le protéger de la lumière au cours de son utilisation.

Préparer du réactif de Nash frais chaque semaine.

**5.10.3** Transvaser le réactif de Nash dans le réservoir de réactif postcolonne (voir 6.6.1.2). Ce réservoir doit être à l'abri de la lumière.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2a80943e-b203-4e6b-beccd-2139ed2cc7c8/iso-15373-2001>

**5.10.4** Dégazer le réactif de Nash par barbotage à l'hélium.

#### 5.11 Phase mobile et diluant témoin, préparés comme suit:

**5.11.1** Mettre 1,78 g de phosphate de sodium dibasique (5.9) dans un réservoir pour la phase mobile, de 2 l, muni d'un agitateur. Ajouter 2 l d'eau et mélanger avec le dispositif d'agitation jusqu'à la dissolution complète du phosphate de sodium dibasique.

**5.11.2** Ajuster le pH de la solution à 7,0 avec de l'acide phosphorique à 33 mM (5.5).

**5.11.3** Préparer le diluant étalon de la même manière.

**5.11.4** Dégazer la phase mobile par barbotage à l'hélium.

L'eau peut également être utilisée comme phase mobile sans ajouter de tampon. Une phase mobile aqueuse doit être utilisée lorsque les réactifs de Carrez sont employés lors de la préparation de l'échantillon (voir 7.1.4).

#### 5.12 Diluant d'échantillon (méthode B), préparé comme suit:

**5.12.1** Le diluant d'échantillon est préparé de la même façon que la phase mobile décrite en 5.11.1.

**5.12.2** L'étape finale de la préparation du diluant nécessite un ajustement du pH. Avant de procéder à cette étape, mesurer le pH de la dispersion de polymère à 0,1 unité de pH près. Diluer la dispersion de polymère à 1 l avec un tampon à  $\pm 0,1$  unité de pH de la dispersion de polymère. Ajuster le pH du diluant à 0,1 unité de pH près de la dispersion de polymère en utilisant les solutions de NaOH (5.8) ou de  $H_3PO_4$  (5.5).

#### 5.13 Solutions étalons (méthodes A et B).

### 5.13.1 Solution étalon mère

Préparer 25 ml de solution mère de formaldéhyde à 1,18 % (11 840 mg/kg) en ajoutant 0,8 g de solution de formaldéhyde à 37 % (5.3) à 24,2 g de diluant témoin.

Déterminer la composition de cette solution de formaldéhyde conformément à l'ISO 2227.

Calculer la fraction massique du formaldéhyde, exprimée en mg/kg, dans la solution mère.

### 5.13.2 Série de solutions étalons

Préparer une série de solutions étalons de 1 mg/kg à 15 mg/kg de formaldéhyde dans le diluant témoin.

### 5.13.3 Fréquence de préparation

Les solutions mères et étalons doivent être stockées dans un réfrigérateur lorsqu'elles ne sont pas utilisées. Des solutions mères et étalons fraîches doivent être préparées chaque semaine.

## 6 Appareillage

Matériel et verreries courants de laboratoire, avec:

**6.1 Flacon teinté**, d'une capacité de 1 l, absorbant la lumière visible et ultraviolette.

**6.2 Filtre d'échantillon**, constitué d'une seringue à échantillon de 5 ml et d'un système de filtrage de 0,1 µm, permettant d'extraire les microparticules de la solution d'échantillon préparée.

**6.3 Centrifugeuse à grande vitesse**, capable de fonctionner au minimum à 50 000 r/min (275g) (voir 7.1.3).

**6.4 Centrifugeuse**, capable de fonctionner au minimum à 1 000 r/min (voir 7.1.4).

### 6.5 Méthode A

**6.5.1 Colorimètre photoélectrique** ou **spectrophotomètre** [longueur d'onde de (410 ± 5) nm].

**6.5.2 Tubes à essai, tubes de colorimètres** ou **cellules photométriques** (une largeur de 1 cm convient).

### 6.6 Méthode B

**6.6.1 Système de chromatographie en phase liquide à haute pression (HPLC)**, comprenant les éléments suivants:

**6.6.1.1 Chromatographe en phase liquide**, comportant une vanne d'injection, un réacteur postcolonne, un détecteur de rayonnement UV/visible à 410 nm et un système d'alimentation en solvant isocratique, permettant d'obtenir un débit de phase mobile de 0,6 ml/min.

Le détecteur de rayonnement UV/visible peut comprendre soit une lampe au tungstène, soit une lampe au deutérium avec des filtres appropriés.

**6.6.1.2 Réacteur postcolonne**, avec un réservoir permettant d'obtenir un débit de réactif de 0,5 ml/min et comportant une cellule de réaction pouvant être chauffée à 95 °C et un T de mélangeage statique adapté.

**6.6.1.3 Colonne de chromatographe**, ayant une longueur de 250 mm et un diamètre intérieur de 4,6 mm, rempli de particules de C<sub>18</sub> de 5 µm, de phase inverse, de pH stable.

Si nécessaire, d'autres colonnes appropriées peuvent être utilisées (par exemple, de type fast acid, 100 mm × 7,8 mm).

**6.6.1.4 Colonne de protection de chromatographe**, ayant une longueur de 10 mm et un diamètre intérieur de 4,6 mm, rempli de particules de C<sub>18</sub> de 5 µm, de phase inverse, de pH stable. Le cas échéant, d'autres colonnes peuvent être utilisées.

**6.6.1.5 Système d'enregistrement de données**, permettant de recueillir, à un taux de 1 point/s, les données provenant d'un détecteur de 1 V de sortie.

#### 6.6.1.6 Configuration du chromatographe en phase liquide

Une vanne de non-retour, adaptée et installée en ligne, est placée entre la pompe et l'injecteur. Les colonnes de protection et d'analyse sont reliées à l'injecteur. La sortie de la colonne d'analyse est raccordée au T de mélangeage, comme indiqué en 6.6.1.7.

#### 6.6.1.7 Configuration du réacteur postcolonne (PCR)

Le réactif postcolonne circule dans un amortisseur d'impulsions et une vanne de non-retour, installée en ligne, avant d'arriver sur l'un des côtés du T de mélangeage. La sortie de la colonne d'analyse est raccordée à l'autre côté du T de mélangeage. La cellule de réaction est reliée à la sortie du T de mélangeage. Un tube en acier inoxydable de diamètre intérieur de 0,25 mm est utilisé pour effectuer les raccordements. Les longueurs de tubes doivent être les plus réduites possible. Le T de mélangeage et la cellule de réaction sont placés à l'intérieur d'une étuve à 95 °C.

Un tube en acier inoxydable de 40 cm de long et de diamètre intérieur de 0,25 mm est raccordé à la sortie de la cellule de réaction et est placé dans un bain-marie agité à température ambiante (cette configuration sert d'échangeur de chaleur). La sortie du tube en acier inoxydable est raccordée au détecteur de rayonnement UV/visible. La Figure 1 donne une représentation schématique de ce système.

#### 6.6.1.8 Conditions de fonctionnement (standards.iteh.ai)

Régler le chromatographe en phase liquide conformément aux directives du fabricant et aux paramètres suivants:

- Température de la colonne: ambiante
- Phase mobile: Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> à 6,3 mM (pH = 7) ou eau
- Débit: 0,6 ml/min
- Volume d'injection: 50 µl
- Température du réactif postcolonne: 95 °C
- Débit du réactif postcolonne: 0,5 ml/min
- Détecteur: UV/visible à (410 ± 5) nm

Attendre que l'appareil s'équilibre, de manière à obtenir une ligne de base stable dans le système d'enregistrement de données.

#### 6.6.2 Seringue, d'une contenant de 100 µl

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Préparation de la solution d'essai

#### 7.1.1 Dilution de l'échantillon d'essai

La quantité d'échantillon utilisée pour l'analyse est fonction de la dispersion particulière de polymère et de la limite de détermination requise.