
**Textiles — Dosage du formaldéhyde —
Partie 1:
Formaldéhyde libre et hydrolysé
(méthode par extraction d'eau)**

Textiles — Determination of formaldehyde —

Part 1: Free and hydrolysed formaldehyde (water extraction method)

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

ISO 14184-1:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a90b6b93-5bb2-4c5f-bc08-3a7f53ffbfd/iso-14184-1-2011>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14184-1:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a90b6b93-5bb2-4c5f-bc08-3a7f53ffbffd/iso-14184-1-2011>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2011

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 du 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.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

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

(standards.iteh.ai)

ISO 14184-1:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a90b6b93-5bb2-4c5f-bc08-3a7f53ffbffd/iso-14184-1-2011>

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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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 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.

L'ISO 14184-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 38, *Textiles*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 14184-1:1998), dont elle constitue une révision mineure.

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)*

Textiles — Dosage du formaldéhyde —

Partie 1:

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

AVERTISSEMENT — La présente partie de l'ISO 14184 fait appel à l'utilisation de substances et/ou de modes opératoires qui peuvent s'avérer préjudiciables pour la santé si des mesures de sécurité adéquates ne sont pas prises. Elle ne se rapporte qu'à l'aptitude technique et, à aucun moment, ne décharge l'utilisateur de ses obligations légales concernant la santé et la sécurité. Lors de l'élaboration de la présente partie de l'ISO 14184, 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 est destiné à être utilisé pour déterminer les teneurs d'une étoffe en formaldéhyde libre et hydrolysé comprises entre 16 mg/kg et 3500 mg/kg. En deçà de la limite inférieure de 16 mg/kg, le résultat est rapporté comme «non détectable». [ISO 14184-1:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a90b6b93-5bb2-4c5f-bc08-3e6110104444/iso-14184-1-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a90b6b93-5bb2-4c5f-bc08-3e6110104444/iso-14184-1-2011>
L'ISO 14184-2 donne une méthode de détermination du formaldéhyde dégagé.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application 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 139:2005, *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 — Échelle de porosité — Classification et désignation*

3 Principe

Le formaldéhyde est extrait d'un échantillon textile dans de l'eau à 40 °C. La quantité de formaldéhyde extraite est ensuite déterminée par colorimétrie.

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 1 000 ml et compléter au trait avec de l'eau (4.1). Conserver dans un flacon brun.

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 d'au moins six semaines. Étant donné que la sensibilité peut varier sur une longue période, il est d'usage d'établir une courbe d'étalonnage hebdomadaire pour corriger ces légères variations de la courbe étalon.

4.3 Solution de formaldéhyde, environ 37 % (*ml/V* ou *ml/m*).

4.4 Solution éthanolique de dimédon.

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

5 Appareillage

5.1 Fioles jaugées bouchées, de 50 ml, 250 ml, 500 ml et 1 000 ml.

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

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

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

5.4 Burettes, de 10 ml et 50 ml.

5.5 Spectrophotomètre, pouvant mesurer l'absorbance avec une précision d'au moins trois décimales à une longueur d'onde de 412 nm.

5.6 Tubes à essai ou **tubes de spectrophotomètre**.

5.7 Bain-marie, pouvant maintenir une température de $(40 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

5.8 Filtres, réalisés dans du verre résistant à la chaleur d'une grosseur de pore comprise entre 40 μm et 100 μm (symbole P100 conformément à l'ISO 4793).

5.9 Balance, d'une précision de 0,2 mg.

6 Préparation de la solution étalon et étalonnage

6.1 Préparation

Préparer une solution mère de formaldéhyde à environ 1 500 mg/l en diluant 3,8 ml de solution de formaldéhyde (4.3) à 1 l avec de l'eau (4.1). Déterminer la concentration en formaldéhyde de la solution mère par la méthode de titrage spécifiée dans l'Annexe A.

Enregistrer la concentration précise de la solution mère titrée. Cette solution se conserve pendant au moins quatre semaines et sert à préparer les dilutions étalons.

6.2 Dilution

Les concentrations équivalentes en formaldéhyde dans l'éprouvette, sur la base d'une masse d'éprouvette de 1 g et 100 ml d'eau, représentent 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 de 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 de l'eau (4.1) dans des fioles jaugées 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 complété à 500 ml, contenant 0,30 µg CH₂O/ml = 30 mg/kg CH₂O sur l'étoffe
- 5 ml de S2 complété à 500 ml, contenant 0,75 µg CH₂O/ml = 75 mg/kg CH₂O sur l'étoffe
- 10 ml de S2 complété à 500 ml, contenant 1,50 µg CH₂O/ml = 150 mg/kg CH₂O sur l'étoffe
- 15 ml de S2 complété à 500 ml, contenant 2,25 µg CH₂O/ml = 225 mg/kg CH₂O sur l'étoffe
- 20 ml de S2 complété à 500 ml, contenant 3,00 µg CH₂O/ml = 300 mg/kg CH₂O sur l'étoffe
- 30 ml de S2 complété à 500 ml, contenant 4,50 µg CH₂O/ml = 450 mg/kg CH₂O sur l'étoffe
- 40 ml de S2 complété 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 Cette double dilution est nécessaire pour que les concentrations en formaldéhyde dans les solutions d'étalonnage et dans les solutions d'essais soient les mêmes. Si l'étoffe contient 20 mg/kg de formaldéhyde, une éprouvette de 1,00 g est extraite 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 L'échantillon peut être conservé dans un sac en polyéthylène, lui-même enveloppé dans une feuille d'aluminium. La raison justifiant ces précautions de conservation est 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.

Pour chaque éprouvette, 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-marie à (40 ± 2) °C pendant (60 ± 5) min. Agiter la fiole toutes les 5 min au moins, pour faire en sorte que les éprouvettes soient entièrement imbibées. Filtrer (5.8) et recueillir la solution dans une autre fiole.

S'il est difficile d'imbiber complètement les éprouvettes, il convient d'utiliser un bain d'eau équipé d'un agitateur mécanique.

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 utilisée pour 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 (5.6). Ajouter 5 ml de réactif acétylacétone (4.2) dans chaque tube et secouer.

8.2 Plonger les tubes à essai dans un bain-marie à (40 ± 2) °C pendant (30 ± 5) min, puis les conserver à température ambiante pendant (30 ± 5) min. Prendre la solution de 5 ml de réactif acétylacétone dans 5 ml d'eau après le même traitement préalable comme réactif à blanc. À l'aide d'un spectrophotomètre (5.5), mesurer les absorbances, par rapport à l'eau (4.1), dans une cuve d'absorption de 10 mm à une longueur d'onde de 412 nm.

8.3 S'il est prévu 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.

ATTENTION — L'exposition momentanée à la lumière directe du soleil de la coloration jaune qui s'est développée entraînera une certaine décoloration. S'il y a un délai notable (par exemple 1 h) dans le temps de lecture des résultats des tubes après le développement de la coloration et si la lumière solaire est importante, il convient de veiller à couvrir les tubes avec une protection exempte de formaldéhyde. Sinon, la coloration reste stable pendant un laps de temps important (au moins une nuit) et, si on le souhaite, la lecture peut être remise.

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

NOTE 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 5 ml de la solution de dosage dans un tube à essai (diluer si nécessaire, voir Article 7), ajouter 1 ml de solution éthanolique de dimédon et secouer.

Chauffer la solution dans un bain-marie à (40 ± 2) °C pendant (10 ± 1) min, puis ajouter 5 ml de réactif acétylacétone, secouer et continuer à chauffer la solution dans un bain-marie à (40 ± 2) °C pendant (30 ± 5) min.

Laisser la solution reposer à température ambiante 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 disparaît.

9 Calcul et expression des résultats

Pour chaque éprouvette, corriger l'absorbance obtenue de la façon suivante:

$$A = A_s - A_b - (A_d)$$

où

A est l'absorbance corrigée;

A_s est l'absorbance mesurée de la solution d'essai;

A_b est l'absorbance mesurée du réactif à blanc;

A_d est l'absorbance mesurée de la solution témoin (uniquement en cas de décoloration ou d'un autre type de contamination).

Déterminer la quantité de formaldéhyde, en $\mu\text{g/ml}$, à partir de la courbe d'étalonnage en utilisant la valeur corrigée de l'absorbance.

Calculer la quantité de formaldéhyde extraite de chaque éprouvette (w_F), à 1 mg/kg près, en utilisant l'équation suivante:

$$w_F = \frac{\rho \times 100}{m}$$

iTeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 14184-1:2011
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a90b6b93-5bb2-4c5f-bc08-3a7f53ffbffd/iso-14184-1-2011>

où

ρ est la concentration en formaldéhyde de la solution, en mg/l , d'après la courbe d'étalonnage;

m est la masse de l'éprouvette, en grammes.

Calculer la moyenne arithmétique des deux valeurs.

Si le résultat est inférieur à 16 mg/kg, rapporter le résultat d'essai comme «non détectable».

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comprendre les informations suivantes:

- a) une référence à la présente partie de l'ISO 14184, à savoir l'ISO 14184-1:2011;
- b) la date de réception de l'échantillon, les détails concernant le stockage avant l'essai et la date de l'essai;
- c) la description de l'échantillon soumis à essai et de son emballage;
- d) la masse des éprouvettes et, si nécessaire, le coefficient de correction correspondant;
- e) l'étendue de la courbe d'étalonnage;
- f) la quantité de formaldéhyde extrait de l'échantillon, exprimée conformément à l'Article 9;
- g) tout écart, après accord ou non, par rapport au mode opératoire spécifié.