
**Textiles — Dosage du formaldéhyde —
Partie 2:
Formaldéhyde dégagé (méthode par
absorption de vapeur)**

Textiles — Determination of formaldehyde —

Part 2: Released formaldehyde (vapour absorption method)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14184-2:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/845eee0c-5c5d-4cad-ab55-710d6c459b56/iso-14184-2-2011>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 14184-2:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/845eee0c-5c5d-4cad-ab55-710d6c459b56/iso-14184-2-2011>



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	3
7 Préparation et conditionnement des éprouvettes	3
8 Mode opératoire	4
9 Calculs	4
10 Rapport d'essai	5
Annexe A (normative) Titrage de la solution mère de formaldéhyde	6
Annexe B (informative) Autre mode opératoire avec acide chromotrope	8
Annexe C (informative) Informations relatives à la justesse de la méthode	10
Bibliographie	12

[ISO 14184-2:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/845eee0c-5c5d-4cad-ab55-710d6c459b56/iso-14184-2-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/845eee0c-5c5d-4cad-ab55-710d6c459b56/iso-14184-2-2011>

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 14184-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 38, *Textiles*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 14184-2:1998), 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 2:

Formaldéhyde dégagé (méthode par absorption de vapeur)

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 par absorption de vapeur pour déterminer la quantité de formaldéhyde libéré par des textiles, quelle que soit leur forme, dans des conditions de stockage accéléré.

Le mode opératoire est destiné à être utilisé pour déterminer les teneurs d'une étoffe en formaldéhyde libérable, comprises entre 20 mg/kg et 3 500 mg/kg. En deçà de la limite inférieure de 20 mg/kg, le résultat est rapporté comme «non détectable».

L'ISO 14184-1 donne une méthode de détermination du formaldéhyde libre et du formaldéhyde extrait partiellement par hydrolyse en solution aqueuse.

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*

3 Principe

Une éprouvette d'étoffe, préalablement pesée, est suspendue au-dessus de l'eau dans un récipient hermétiquement fermé. Le récipient est placé dans une étuve à température contrôlée pendant une durée spécifiée. La quantité de formaldéhyde absorbée par l'eau 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).

Dissoudre 150 g d'acétate 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. Il est également possible d'utiliser la méthode à l'acide chromotrope décrite dans l'Annexe B.

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

5 Appareillage

5.1 Récipients de conservation en verre, de 0,95 l à 1,0 l munis de couvercles étanches au gaz (voir Figure 1).

5.2 Petits paniers en maille métallique, (ou tout autre dispositif approprié) pour suspendre l'éprouvette au-dessus du niveau de l'eau à l'intérieur des récipients. À la place des paniers en maille métallique, on peut utiliser du fil à coudre en double et constituer une boucle passant à l'intérieur de l'éprouvette pliée en quatre que l'on suspend au-dessus du niveau de l'eau. Les deux extrémités du fil doublé passent par le dessus du récipient et sont solidement maintenues par le couvercle.

NOTE Un support simple à introduire dans les récipients de conservation peut être fabriqué de la manière suivante: plier une grille en aluminium de 15,2 cm par 14,0 cm autour d'un morceau de bois de 3,8 cm de côté et attacher ensemble afin de former une cage rectangulaire ouverte aux extrémités. Découper les angles d'un côté à mi-hauteur, replier cette partie vers l'intérieur puis la fixer. La partie repliée forme le fond du panier métallique et les trois autres côtés, les pieds. Pour les fixations, de petits morceaux de fil métallique peuvent être tordus autour des parties correspondantes ou repliées à l'intérieur.

5.3 Étuve, à contrôle thermostatique réglé à (49 ± 2) °C.

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

5.5 Pipettes, de 1 ml, 5 ml, 10 ml, 15 ml, 20 ml, 25 ml, 30 ml et 50 ml graduées tous les 5 ml.

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

5.6 Burettes, de 10 ml et 50 ml.

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

5.8 Tubes à essai ou tubes de spectrophotomètre.

5.9 Bain-marie, pouvant maintenir une température de (40 ± 2) °C.

5.10 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 de formaldéhyde dans l'éprouvette, sur la base d'une masse d'éprouvette de 1 g et 50 ml d'eau, représentent 50 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 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 $0,15 \mu\text{g CH}_2\text{O/ml} = 7,5 \text{ mg/kg CH}_2\text{O}$ sur l'étoffe
- 2 ml de S2 complété à 500 ml, contenant $0,30 \mu\text{g CH}_2\text{O/ml} = 15 \text{ mg/kg CH}_2\text{O}$ sur l'étoffe
- 5 ml de S2 complété à 500 ml, contenant $0,75 \mu\text{g CH}_2\text{O/ml} = 37,5 \text{ mg/kg CH}_2\text{O}$ sur l'étoffe
- 10 ml de S2 complété à 500 ml, contenant $1,50 \mu\text{g CH}_2\text{O/ml} = 75 \text{ mg/kg CH}_2\text{O}$ sur l'étoffe
- 15 ml de S2 complété à 500 ml, contenant $2,25 \mu\text{g CH}_2\text{O/ml} = 112,5 \text{ mg/kg CH}_2\text{O}$ sur l'étoffe
- 20 ml de S2 complété à 500 ml, contenant $3,00 \mu\text{g CH}_2\text{O/ml} = 150 \text{ mg/kg CH}_2\text{O}$ sur l'étoffe
- 30 ml de S2 complété à 500 ml, contenant $4,50 \mu\text{g CH}_2\text{O/ml} = 225 \text{ mg/kg CH}_2\text{O}$ sur l'étoffe
- 40 ml de S2 complété à 500 ml, contenant $6,00 \mu\text{g CH}_2\text{O/ml} = 300 \text{ mg/kg CH}_2\text{O}$ 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 50 ml d'eau; la solution contient 20 μg de formaldéhyde et, en conséquence, 1 ml de la solution d'essai contient 0,4 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.

Prélever au moins deux éprouvettes dans l'échantillon pour essai, les découper en petits morceaux de 1 g environ et les peser à 10 mg près.

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.

8 Mode opératoire

Verser 50 ml d'eau (4.1) dans le fond de chaque récipient. Suspendre une éprouvette au-dessus de l'eau de chaque récipient en utilisant un panier en maille métallique ou un autre dispositif. Fermer hermétiquement les récipients et les placer dans l'étuve (5.3) à (49 ± 2) °C pendant $20 \text{ h} \pm 15 \text{ min}$. Retirer les récipients et les refroidir pendant au moins (30 ± 5) min, puis sortir les éprouvettes et les paniers, ou les autres supports utilisés. Refermer les récipients et les secouer pour homogénéiser toute condensation formée sur les parois.

Avec une pipette, introduire 5 ml de réactif acétylacétone (4.2) dans un nombre approprié de tubes (5.8), ainsi que 5 ml de réactif acétylacétone dans au moins un tube supplémentaire pour la solution de réactif à blanc. Ajouter dans les tubes des parties aliquotes de 5 ml prélevées dans chaque récipient de conservation d'échantillon et 5 ml d'eau (4.1) dans le tube de solution à blanc.

Homogénéiser et plonger les tubes dans un bain-marie (5.9) à (40 ± 2) °C pendant (30 ± 5) min. Laisser refroidir et relever l'absorbance sur un colorimètre ou un spectrophotomètre (5.7) par rapport à la solution à blanc dans une cuve d'absorption de 10 mm à une longueur d'onde de 412 nm. Déterminer la concentration en formaldéhyde, en µg/ml, dans les solutions de dosage au moyen de la courbe d'étalonnage préparée.

S'il est prévu que les quantités de formaldéhyde dégagées par les 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).

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.

9 Calculs

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

$$w_F = \frac{\rho \times 50}{m}$$

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.

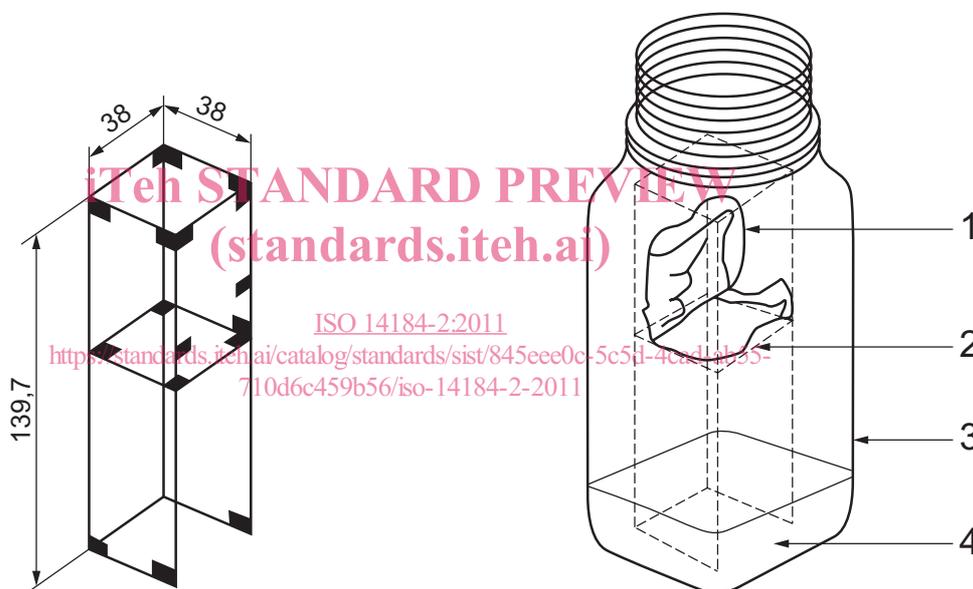
Si le résultat est inférieur à 20 mg/kg, rapporter le résultat d'essai comme «non détectable».

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comprendre les informations suivantes:

- une référence à la présente partie de l'ISO 14184, à savoir l'ISO 14184-2:2011;
- la date de réception de l'échantillon, les détails concernant le stockage avant l'essai et la date de l'essai;
- la description de l'échantillon soumis à essai et de son emballage;
- la masse des éprouvettes;
- l'étendue de la courbe d'étalonnage;
- la quantité de formaldéhyde dégagé par l'échantillon, exprimée conformément à l'Article 9;
- tout écart, après accord ou non, par rapport au mode opératoire spécifié.

Dimensions en millimètres



a) Panier en maille métallique

b) Récipient hermétiquement fermé renfermant une éprouvette dans un panier

Légende

- éprouvette d'étoffe
- panier
- récipient
- eau

Figure 1 — Panier en maille métallique (aluminium) contenant une éprouvette, suspendu dans un récipient hermétiquement fermé