
**Panneaux à base de bois —
Détermination du dégagement de
formaldéhyde —**

**Partie 5:
Méthode d'extraction (dite méthode
au perforateur)**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Wood-based panels — Determination of formaldehyde release —
Part 5: Extraction method (called the perforator method)*

ISO 12460-5:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8586c69b-dafe-4433-b0b7-537e327ec698/iso-12460-5-2015>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12460-5:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8586c69b-dafe-4433-b0b7-537e327ec698/iso-12460-5-2015>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2015, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Réactifs	1
5 Appareillage	1
6 Éprouvettes	3
6.1 Généralités.....	3
6.2 Échantillonnage.....	3
6.3 Pour contrôle de production.....	3
6.4 Pour contrôle à d'autres fins.....	3
7 Mode opératoire	3
7.1 Nombre d'extractions.....	3
7.2 Détermination de la teneur en humidité.....	4
7.3 Extraction au perforateur.....	4
7.4 Essai à blanc.....	4
7.5 Détermination du formaldéhyde dans l'extrait.....	5
7.5.1 Généralités.....	5
7.5.2 Principe.....	5
7.5.3 Réactifs.....	5
7.5.4 Procédure analytique.....	5
7.5.5 Courbe d'étalonnage.....	5
7.6 Assurance qualité.....	7
8 Expression des résultats	7
8.1 Teneur en humidité.....	7
8.2 Valeur au perforateur.....	7
9 Rapport d'essai	8
Annexe A (normative) Essai de l'efficacité d'extraction au perforateur – Étalonnage de la méthode au perforateur	13
Bibliographie	14

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/8386c69b-d4e-4433-b0b7-537e327ec698/iso-12460-5-2015).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 89, *Panneaux à base de bois*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 12460-5:2011), qui a fait l'objet d'une révision technique.

L'objectif de la révision était d'améliorer la limite de détection et la reproductibilité de la méthode par rapport aux panneaux à faible teneur en formaldéhyde.

Par rapport à l'ISO 12460-5:2011, les modifications suivantes ont été apportées :

- a) en [5.3](#), une recommandation concernant la longueur de cellule pour les échantillons faiblement émissifs est ajoutée ;
- b) en [6.4](#), l'humidité relative pour le climat de conditionnement est portée à $(65 \pm 5) \%$;
- c) en [7.1](#) et en [8.2](#), la procédure et l'évaluation de la troisième extraction sont modifiées ;
- d) en [7.3](#), l'exactitude de pesée des éprouvettes a été améliorée et la possibilité d'utiliser une masse supérieure d'éprouvettes est ajoutée pour les panneaux faiblement émissifs ;
- e) en [7.4](#), la précision de l'essai à blanc est améliorée ;
- f) en [7.5.1](#), la possibilité de procéder à la détermination fluorimétrique du formaldéhyde est ajoutée en option ;
- g) en [7.5.4](#), la température du bain-marie est portée à 60 °C ;
- h) en [8.2](#), des facteurs de modification de l'humidité sont inclus ;

- i) à la [Figure 4](#), la courbe d'étalonnage est modifiée ;
- j) l'[Annexe A](#) relative à l'étalonnage et l'assurance qualité est ajoutée.

L'ISO 12460 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Panneaux à base de bois — Détermination du dégagement de formaldéhyde*:

- *Partie 1 : Méthode du dégagement de formaldéhyde en chambre de 1 mètre cube*
- *Partie 3 : Méthode d'analyse de gaz*
- *Partie 4 : Méthode au dessiccateur*
- *Partie 5 : Méthode d'extraction (dite méthode au perforateur)*

D'autres parties traitant des méthodes en chambre de petite taille sont prévues.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 12460-5:2015](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8586c69b-dafe-4433-b0b7-537e327ec698/iso-12460-5-2015>

Introduction

La « valeur au perforateur » telle que déterminée par la méthode décrite dans la présente partie de l'ISO 12460 est considérée comme la « teneur en formaldéhyde » du panneau soumis à essai.

Les résultats d'essai sont reliés aux conditions spécifiques du panneau au moment de l'essai.

L'émission de formaldéhyde à partir de panneaux à base de bois (par exemple panneau de particules, contreplaqué, panneau de fibres, OSB) est un processus complexe. Pour un panneau donné, le résultat d'essai dépend de l'âge, des conditions de vieillissement, de l'humidité du panneau, etc. au moment de l'essai.

De plus, la corrélation entre la valeur au perforateur et l'émission de formaldéhyde dépend du type de panneau.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 12460-5:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8586c69b-dafe-4433-b0b7-537e327ec698/iso-12460-5-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8586c69b-dafe-4433-b0b7-537e327ec698/iso-12460-5-2015>

Panneaux à base de bois — Détermination du dégagement de formaldéhyde —

Partie 5: Méthode d'extraction (dite méthode au perforateur)

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 12460 prescrit une méthode d'extraction dite « méthode au perforateur ». Elle est utilisée pour la détermination de la teneur en formaldéhyde des panneaux à base de bois non mélaminés et non revêtus d'une finition.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants, en tout ou partie, sont référencés de façon normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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 16979, *Panneaux à base de bois — Détermination de l'humidité*

ISO 16999, *Panneaux à base de bois — Échantillonnage et découpe des éprouvettes*

[ISO 12460-5:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8586c69b-dafe-4433-b0b7-537e327ec698/iso-12460-5-2015)

3 Principe

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8586c69b-dafe-4433-b0b7-537e327ec698/iso-12460-5-2015>

Le formaldéhyde est extrait des éprouvettes au moyen de toluène en ébullition puis transféré dans de l'eau distillée ou déminéralisée. La teneur en formaldéhyde de cette solution aqueuse est déterminée par photométrie en utilisant la méthode à l'acétylacétone.

4 Réactifs

Pour l'analyse, seuls des réactifs de qualité analytique et de l'eau distillée ou déminéralisée doivent être utilisés.

4.1 Toluène, anhydre et exempt d'impuretés pouvant interférer avec l'essai.

4.2 Acétylacétone de qualité analytique.

4.3 Acétate d'ammonium de qualité analytique.

4.4 Solution de formaldéhyde

Solution de formaldéhyde disponible dans le commerce (concentration généralement comprise entre 35 % et 40 %)

5 Appareillage

5.1 Balance de précision, avec des graduations de 0,01 g.

5.2 Étuve bien ventilée, capable de maintenir une température de (103 ± 2) °C.

5.3 Spectrophotomètre, capable de mesurer l'absorbance à 412 nm. Une cellule avec une longueur de trajet de 50 mm est recommandée, en particulier pour les échantillons faiblement émissifs.

5.4 Appareillage d'extraction.

L'appareillage comprend les composants suivants :

- un réfrigérant à serpentin (réfrigérant Dimroth), longueur totale : environ 400 mm, col rodé mâle 45/40 ; col rodé femelle 29/32 (repère d'élément 2) ;
- un adaptateur conique, col rodé femelle 45/40, col rodé mâle 71/51 (repère d'élément 3) ;
- un dispositif de filtration, de porosité P 160 (100 pm à 160 pm), munie d'une plaque de verre fritté de 60 mm de diamètre et (repère d'élément 4) ;
- un perforateur de capacité 1 000 ml, muni d'un robinet 1 voie de 4 mm et avec un col rodé femelle 71/51 et un col rodé mâle 29/32 (repère d'élément 5) ;
- un adaptateur conique, col rodé femelle 29/32, col rodé mâle 45/40 (repère d'élément 8) ;
- un ballon à fond rond de capacité 1 000 ml, col rodé femelle 45/40 (repère d'élément 9) ;
- un tube à (deux) boules, col rodé mâle 29/32 (longueur : environ 380 mm), diamètre extérieur : environ 10 mm, diamètre de la boule : environ 50 mm, distance entre la boule et l'extrémité inférieure du tube : environ 200 mm (distance entre les boules environ 50 mm) (repère d'élément 6) ;
- un barboteur (par exemple fiole conique de 250 ml) (repère d'élément 7) ;
- un chauffe-ballon (repère d'élément 10).

Les repères des éléments sont donnés dans la [Figure 1](#). Les détails de l'appareillage sont indiqués dans la [figure 2](#) et la [figure 3](#).

Il convient que des raccords rodés souples en PTFE soient utilisés à la place de matériaux d'étanchéité en paraffine ou en silicone.

5.5 Matériel de laboratoire.

L'appareillage comprend les composants suivants :

- fiole jaugée, 2 000 ml, étalonnée à 20 °C ;
- fiole conique, 250 ml ;
- burette de précision, 50 ml, étalonnée à 20 °C ;
- verre de montre de diamètre 120 mm environ ;
- deux fioles jaugées, 1 000 ml, étalonnées à 20 °C ;
- six fioles jaugées, 100 ml, étalonnées à 20 °C ;
- pipette jaugée, 100 ml, étalonnée à 20 °C ;
- pipette jaugée, 25 ml, étalonnée à 20 °C ;
- pipettes jaugées (étalonnées à 20 °C), 1 ml, 2 ml, 5 ml, 10 ml, 15 ml, 20 ml, 25 ml, 50 ml, 100 ml ;
- trois pipettes jaugées, 10 ml, étalonnées à 20 °C ;
- flacons avec bouchon, 50 ml chacun ;

- deux éprouvettes graduées, 250 ml ;
- bain-marie, capable de maintenir une température de $(60 \pm 1) ^\circ\text{C}$;
- bain-marie, capable de maintenir une température dans la plage de $20 ^\circ\text{C}$ à $25 ^\circ\text{C}$;
- dessiccateur.

6 Éprouvettes

6.1 Généralités

L'échantillonnage et la découpe sont effectués conformément à l'ISO 16999.

6.2 Échantillonnage

6.2.1 Les éprouvettes sont prélevées et éventuellement réparties de façon régulière sur la largeur du panneau (refroidi), mais en excluant une bande de 250 mm de largeur à chaque extrémité du panneau.

6.2.2 Prélever 12 éprouvettes de 25 mm x 25 mm x épaisseur du panneau pour la détermination de l'humidité et un nombre suffisant d'éprouvettes de mêmes dimensions, pour obtenir environ 500 g de panneau pour l'extraction au perforateur.

6.3 Pour contrôle de production

Si cette méthode est utilisée pour le contrôle de production, le panneau choisi pour l'échantillonnage est découpé immédiatement après refroidissement. Il faut stocker les éprouvettes prélevées dans le panneau à température ambiante sous emballage hermétique.

Il convient de réaliser la détermination de la teneur en formaldéhyde au plus tard 72 h après l'échantillonnage.

6.4 Pour contrôle à d'autres fins

Si cette méthode est utilisée à d'autres fins, par exemple pour des panneaux déjà mis en œuvre, les méthodes retenues pour l'échantillonnage, la préparation des éprouvettes et le conditionnement, influant toutes sur le résultat final, doivent faire l'objet d'un accord entre les parties et être indiquées dans le rapport d'essai.

Sauf indication contraire, les éprouvettes doivent être conditionnées jusqu'à masse constante à une température de $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$ et à une humidité relative de $(65 \pm 5) \%$.

La masse est considérée comme constante lorsque les résultats de deux pesées successives, effectuées à 24 h d'intervalle au minimum, ne diffèrent pas de plus de 0,1 % par rapport à la masse des éprouvettes.

Une contamination des éprouvettes par d'autres sources de formaldéhyde lors du conditionnement doit être évitée.

7 Mode opératoire

7.1 Nombre d'extractions

Il est nécessaire d'effectuer les extractions en double.

Pour le contrôle de production en usine, une seule extraction peut suffire.

Les valeurs individuelles d'une extraction en double ne doivent pas dévier de plus de 0,5 mg/100 g ; sinon, il faut réaliser une troisième extraction.

7.2 Détermination de la teneur en humidité

Déterminer la teneur en humidité conformément à l'ISO 16979.

Déterminer la teneur en humidité en double sur un échantillon d'au moins quatre éprouvettes (25 mm x 25 mm) de masse minimale égale à 20 g.

Peser l'échantillon (5.1) avec une exactitude de 0,1 g sur le verre de montre (5.5) et le sécher à l'étuve (5.2) à une température de (103 ± 2) °C jusqu'à masse constante (environ 12 h).

La masse est considérée comme constante lorsque les résultats de deux pesées successives, effectuées à 6 h d'intervalle au minimum, ne diffèrent pas de plus de 0,1 % par rapport à la masse des éprouvettes.

Après avoir été retirées de l'étuve, les éprouvettes doivent pouvoir refroidir dans un dessiccateur avant d'être pesées.

7.3 Extraction au perforateur

Avant la mise en marche de l'appareil d'extraction, le tube latéral du perforateur doit être calorifugé afin d'assurer la circulation du toluène.

Peser environ 110 g d'éprouvettes à 0,1 g près et les introduire dans le ballon à fond rond (5.4). Ajouter 600 ml de toluène (4.1). Verser environ 1 000 ml d'eau distillée dans le perforateur, en s'assurant d'une garde de 20 mm à 30 mm entre la surface de l'eau et le départ du siphon. Connecter ensuite le ballon à fond rond au perforateur. Connecter ensuite le réfrigérant et le dispositif d'absorption des gaz. Mettre environ 100 ml d'eau distillée dans le barboteur du dispositif d'absorption des gaz (5.4) et le connecter à l'appareil.

ISO 12460-5:2015

Pour les panneaux avec une faible teneur en formaldéhyde, la masse des éprouvettes peut être étendue jusqu'à 200 g à condition que la densité des échantillons le permette.

Lorsque l'appareillage est assemblé, mettre en route la réfrigération et le chauffage.

Pendant toute la durée de l'extraction, le toluène doit refluer régulièrement, à la vitesse de 70 gouttes à 90 gouttes par minute.

Des précautions doivent être prises pour ne pas laisser l'eau du barboteur (repère d'élément 7) refluer dans d'autres parties de l'appareillage pendant et après l'extraction.

Poursuivre l'extraction pendant (120 ± 5) min, en commençant à partir du passage des premières bulles à travers la plaque de verre fritté. Le chauffage doit être réglé pour que ce phénomène se produise entre 20 min et 30 min après la mise en marche.

Après ces 120 min, arrêter le chauffage et déconnecter le dispositif d'absorption des gaz.

Après l'avoir laissée refroidir à température ambiante, transférer l'eau contenue dans le perforateur dans la fiole jaugée via le robinet. Rincer le perforateur deux fois avec 200 ml d'eau distillée. Ajouter l'eau de rinçage dans la fiole jaugée et jeter le toluène. Verser dans la fiole l'eau contenue dans le barboteur du dispositif d'absorption des gaz. Compléter le volume d'eau contenu dans la fiole jusqu'à 2 000 ml avec de l'eau distillée.

7.4 Essai à blanc

Lorsque du toluène issu d'un nouveau lot est utilisé, procéder à une extraction sans éprouvette, en appliquant le mode opératoire de 7.3.

La qualité du toluène est vérifiée par cet essai. Si la valeur à blanc du formaldéhyde est supérieure à 0,2 mg/600 ml de toluène, le toluène doit être rejeté.

7.5 Détermination du formaldéhyde dans l'extrait

7.5.1 Généralités

La teneur en formaldéhyde de l'extrait aqueux est déterminée par photométrie en utilisant la méthode à l'acétylacétone.

Une détermination par fluorimétrie peut aussi être utilisée en option.

7.5.2 Principe

La détermination est basée sur la réaction de Hantzsch dans laquelle du formaldéhyde en solution aqueuse réagit avec des ions ammonium et de l'acétylacétone pour donner de la diacétyldihydrolutidine (DDL). Cette DDL a un maximum d'absorbance à 412 nm. La réaction est très spécifique du formaldéhyde.

D'autres méthodes photométriques adaptées peuvent aussi être utilisées.

7.5.3 Réactifs

7.5.3.1 Solution d'acétylacétone

Transférer 4 ml d'acétylacétone dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter jusqu'au trait avec de l'eau distillée.

7.5.3.2 Solution d'acétate d'ammonium

Transférer 200g d'acétate d'ammonium dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter jusqu'au trait avec de l'eau distillée.

Un réactif prémélangé d'acétylacétone et d'acétate d'ammonium tel que décrit au [4.1](#) de l'ISO 12460-4:2008 peut aussi être utilisé.

7.5.4 Procédure analytique

Prélever 10 ml de la solution aqueuse ([7.3](#)) à l'aide d'une pipette et les transférer dans un flacon de 50 ml, y ajouter 10 ml de la solution d'acétylacétone ([7.5.3.1](#)) et 10 ml de la solution d'acétate d'ammonium ([7.5.3.2](#)). Boucher le flacon, l'agiter et le chauffer pendant 10 min dans un bain-marie à 60 °C. Laisser refroidir le flacon chauffé dans un bain-marie opérant dans une plage de température comprise entre 20 °C et 25 °C pendant au moins 15 min, protégé de l'influence de la lumière, ou laisser refroidir à température ambiante, protégé de l'influence de la lumière (pendant environ 1 h). Déterminer l'absorbance de cette solution à une longueur d'onde de 412 nm par rapport à l'eau distillée en utilisant un spectrophotomètre ([5.3](#)). Déterminer en parallèle une valeur à blanc avec de l'eau distillée et la prendre en considération lors de la détermination de la valeur au perforateur ([8.2](#)).

Lorsque de plus petits volumes de solutions avec le même rapport de réactifs sont utilisés, par exemple en utilisant des pipettes à lecture digitale/automatiques, il convient de s'assurer qu'une quantité suffisante de solution analytique est disponible pour la détermination spectrophotométrique. De plus, il convient de tenir compte du fait que les erreurs de mesure pourraient avoir une influence accrue sur le résultat.

7.5.5 Courbe d'étalonnage

7.5.5.1 Généralités

Établir la courbe d'étalonnage (voir [Figure 4](#)) à partir d'une solution étalon de formaldéhyde, dont la concentration a été déterminée par dosage iodométrique. La courbe d'étalonnage doit être vérifiée au moins une fois par semaine. Cette fréquence peut être modifiée s'il est démontré que la pente de la courbe d'étalonnage ne dévie pas. Dans ce cas, la courbe d'étalonnage doit être vérifiée au moins une fois par mois et lors de chaque changement de réactifs.