

**Материалы текстильные**

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ФОРМАЛЬДЕГИДА**

**Часть 1**

**Определение содержания свободного и гидролизованного формальдегида методом водной экстракции**

**Матэрыялы тэкстыльныя**

**ВЫЗНАЧЭННЕ ЗМЯШЧЭННЯ ФАРМАЛЬДЭГІДУ**

**Частка 1**

**Вызначэнне змяшчэння свабоднага і гідралізаванага фармальдэгіду метадам воднай экстракцыі**

**(ISO 14184-1:1998, IDT)**

**Издание официальное**

Б3 9-2010



**Госстандарт  
Минск**

**Ключевые слова:** материалы текстильные, определение содержания формальдегида, метод водной экстракции, формальдегид свободный, формальдегид гидролизованный

## Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации».

1 ПОДГОТОВЛЕН национальным техническим комитетом по стандартизации ТК ВУ 12 « Легкая промышленность»

ВНЕСЕН Белорусским государственным концерном по производству и реализации товаров легкой промышленности

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 14 апреля 2011 г. № 17

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 14184-1:1998 Textiles. Determination of formaldehyde. Part 1. Free and hydrolyzed formaldehyde (water extraction method) (Текстиль. Определение содержания формальдегида. Часть 1. Свободный и гидролизованный формальдегид (метод водной экстракции)).

Международный стандарт разработан Европейским комитетом по стандартизации (CEN) совместно с техническим комитетом ISO/TC 38 «Текстиль» Международной организации по стандартизации (ISO) в соответствии с соглашением по техническому сотрудничеству между ISO и CEN (Венское соглашение).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Национальном фонде ТНПА.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования международного стандарта с целью применения обобщающего понятия в соответствии с ТКП 1.5-2004 (04100).

В стандарт внесено следующее редакционное изменение:

– пункт 5.1 после слов «50 мл» дополнен словами: «200 мл», выделенными в тексте курсивом.

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылки на международные стандарты актуализированы.

Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному международному стандарту приведены в дополнительном приложении Д.А.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Госстандарт, 2011

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

**Содержание**

1 Область применения .....	1
2 Нормативные ссылки .....	1
4 Реактивы .....	2
5 Аппаратура .....	2
6 Приготовление стандартного раствора и калибровка .....	2
7 Подготовка и кондиционирование образцов для испытания .....	3
8 Проведение испытания .....	4
9 Расчет и выражение результатов .....	4
10 Протокол испытания .....	5
Приложение А (обязательное) Стандартизация основного раствора формальдегида .....	6
Приложение В (справочное) Информация о точности метода .....	7
Приложение Д.А (справочное) Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному международному стандарту .....	8

## **Введение**

В настоящее время в Республике Беларусь действует ГОСТ 25617-83 «Ткани и изделия льняные, полульняные, хлопчатобумажные и смешанные. Методы химических испытаний», который устанавливает метод определения количества свободного формальдегида в тканях и изделиях из них с отделками на основе формальдегидсодержащих смол. Однако вследствие развития международных связей для обеспечения признания результатов испытаний возникает необходимость применения технического нормативного правового акта, требования которого гармонизированы с международными нормами.

Настоящий стандарт не отменяет действия ГОСТ 25 617-83 и применяется, если контрактом, стандартом или техническими условиями на продукцию оговорено проведение определения содержания формальдегида по международным нормам.

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ**

**Материалы текстильные  
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ФОРМАЛЬДЕГИДА  
Часть 1**

**Определение содержания свободного и гидролизованного формальдегида  
методом водной экстракции**

**Матэрыялы тэкстыльныя  
ВЫЗНАЧЭННЕ ЗМЯШЧЭННЯ ФАРМАЛЬДЭГІДУ  
Частка 1**

**Вызначэнне змяшчэння свабоднага і гідролізаванага фармальдэгіду  
метадам воднай экстракцыі**

Textiles  
Determination of formaldehyde  
Part 1  
Free and hydrolized formaldehyde (water extraction method)

Дата введения 2012-01-01

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ.** Настоящий стандарт предусматривает использование веществ и/или операции, которые могут оказывать вредное воздействие на здоровье, если не принимать надлежащие меры предосторожности. Настоящий стандарт устанавливает требования только с учетом их технической применимости и не освобождает пользователя от правовых обязательств по соблюдению техники безопасности и охраны здоровья на любом из этапов, предусмотренных стандартом. При разработке настоящего стандарта предполагалось, что выполнение его положений будет возлагаться на людей, обладающих соответствующими квалификацией и опытом.

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает определение содержания свободного формальдегида и формальдегида, извлеченного в результате гидролиза, методом водной экстракции. Данный метод может применяться для испытания проб текстильных материалов в любой форме.

Настоящий стандарт распространяется на текстильные материалы с содержанием свободного и гидролизованного формальдегида, определяемого методом, изложенным в настоящем стандарте, в диапазоне от 20 до 3 500 мг/кг. Нижний предел обнаружения составляет 20 мг/кг. Результат определения ниже указанного значения записывают в протокол испытания как «не обнаружен».

Метод определения выделенного формальдегида установлен в ISO 14184-2.

## 2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для неустановленных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

ISO 139:2005 \* Текстиль. Стандартные атмосферные условия для кондиционирования и испытаний  
 ISO 3696:1987 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний  
 ISO 4793:1980 Фильтры лабораторные пористые. Класс пористости, классификация и обозначение

\* Действует взамен ISO 139:1973.

### 3 Сущность метода

Формальдегид экстрагируют водой из пробы текстильного материала при 40 ° С. Затем проводят колориметрическое определение содержания формальдегида.

### 4 Реактивы

Используют реактивы с аналитической степенью чистоты.

4.1 Дистиллированная вода или вода со степенью чистоты 3 – по ISO 3696.

#### 4.2 Ацетилацетоновый реагент (реагент Нэша)

Растворяют 150 г ацетата аммония примерно в 800 мл воды (4.1), добавляют 3 мл уксусной или ледяной уксусной кислоты и 2 мл ацетилацетона, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1 000 мл и доводят объем раствора водой (4.1) до метки. Раствор хранят в сосуде из темного стекла.

Примечание 1 – В течение первых 12 ч при хранении реагент слегка темнеет. Поэтому перед применением реагент следует выдержать в течение 12 ч. За исключением указанного начального периода при хранении, реагент пригоден для использования в течение продолжительного периода времени, составляющего не менее 6 нед. Поскольку чувствительность реагента при хранении в течение длительного периода времени может незначительно изменяться, рекомендуется еженедельно проводить построение калибровочной кривой для корректировки стандартной кривой с учетом ее незначительных изменений.

4.3 Раствор формальдегида (далее –  $\text{CH}_2\text{O}$ ) с концентрацией приблизительно 0,37 г/мл или масовой долей приблизительно 37 %.

#### 4.4 Спиртовой раствор димедона

Для приготовления раствора растворяют 1 г димедона (диметилдигидрорезорцина или 5,5-диметилциклогександиона) в этиловом спирте и доводят объем раствора этиловым спиртом до 100 мл. Раствор готовят непосредственно перед использованием.

### 5 Аппаратура

5.1 Мерные колбы с пробками вместимостью 50, 200, 250, 500 и 1 000 мл.

5.2 Колба с пробкой вместимостью 250 мл.

5.3 Пипетки мерные вместимостью 1, 5, 10 и 25 мл и пипетка градуированная вместимостью 5 мл.

Примечание 2 – Допускается использование систем автоматического дозирования, обладающих такой же погрешностью, как и пипетки.

5.4 Бюретки вместимостью 10 и 50 мл.

5.5 Фотоэлектроколориметр или спектрометр (длина волны 412 нм).

5.6 Испытательные пробирки: колориметрические пробирки или пробирки для спектрометра.

5.7 Водяная баня, обеспечивающая поддержание температуры (40 ± 2) °С.

5.8 Фильтры, изготовленные из термостойкого стекла с размером пор от 40 до 100 мкм (индекс размера пор Р100 в соответствии с ISO 4793).

5.9 Аналитические весы, обеспечивающие взвешивание с точностью отсчета до 0,2 мг.

### 6 Приготовление стандартного раствора и калибровка

#### 6.1 Приготовление основного раствора

Готовят основной раствор формальдегида концентрации приблизительно 1 500 мг/л, разбавляя 3,8 мл раствора формальдегида (4.3) водой (4.1) до 1 л. Определяют концентрацию формальдегида в основном растворе, используя метод, приведенный в приложении А.

Записывают точную концентрацию титрованного основного раствора. Данный раствор хранят до 4 нед и используют для приготовления стандартных растворов.

#### 6.2 Разбавление

При проведении испытания с использованием 1 г испытуемого образца и 100 мл воды точные значения концентрации калибровочных растворов, увеличенные в 100 раз, соответствуют значениям концентрации формальдегида в испытуемом образце.

### **6.2.1 Приготовление стандартного раствора (S2)**

10 мл основного титрованного раствора формальдегида (содержащего 1,5 мг/мл или 1 500 мг/л формальдегида), приготовленного согласно 6.1, разбавляют в мерной колбе водой (4.1) до 200 мл. Полученный раствор содержит 75 мг/л формальдегида.

### **6.2.2 Приготовление калибровочных растворов**

Готовят не менее пяти из указанных ниже калибровочных растворов, разбавляя водой (4.1) стандартный раствор (S2) в мерных колбах вместимостью 500 мл:

1 мл раствора S2 разбавляют до объема 500 мл, содержащего 0,15 мкг CH<sub>2</sub>O/мл, что соответствует концентрации CH<sub>2</sub>O в текстильном материале 15 мг/кг;

2 мл S2 разбавляют до объема 500 мл, содержащего 0,30 мкг CH<sub>2</sub>O/мл, что соответствует концентрации CH<sub>2</sub>O в текстильном материале 30 мг/кг;

5 мл S2 разбавляют до объема 500 мл, содержащего 0,75 мкг CH<sub>2</sub>O/мл, что соответствует концентрации CH<sub>2</sub>O в текстильном материале 75 мг/кг;

10 мл S2 разбавляют до объема 500 мл, содержащего 1,50 мкг CH<sub>2</sub>O/мл, что соответствует концентрации CH<sub>2</sub>O в текстильном материале 150 мг/кг;

15 мл S2 разбавляют до объема 500 мл, содержащего 2,25 мкг CH<sub>2</sub>O/мл, что соответствует концентрации CH<sub>2</sub>O в текстильном материале 225 мг/кг;

20 мл S2 разбавляют до объема 500 мл, содержащего 3,00 мкг CH<sub>2</sub>O/мл, что соответствует концентрации CH<sub>2</sub>O в текстильном материале 300 мг/кг;

30 мл S2 разбавляют до объема 500 мл, содержащего 4,50 мкг CH<sub>2</sub>O/мл, что соответствует концентрации CH<sub>2</sub>O в текстильном материале 450 мг/кг;

40 мл S2 разбавляют до объема 500 мл, содержащего 6,00 мкг CH<sub>2</sub>O/мл, что соответствует концентрации CH<sub>2</sub>O в текстильном материале 600 мг/кг.

Рассчитывают кривую регрессии первого порядка типа  $y = a + bx$ . Данную кривую регрессии используют для всех измерений. Если содержание формальдегида в испытуемом образце превышает 500 мг/кг, раствор пробы разбавляют.

Примечание 3 – Проведение указанного двойного разбавления необходимо для получения калибровочных растворов с такими же концентрациями формальдегида, как и в испытуемых растворах экстракта пробы. Если текстильный материал содержит 20 мг/кг формальдегида, для экстракции формальдегида из 1,00 г образца используют 100 мл воды; полученный раствор содержит 20 мкг формальдегида и из этого следует, что 1 мл испытуемого раствора содержит 0,2 мкг формальдегида.

## **7 Подготовка и кондиционирование образцов для испытания**

Не допускается кондиционировать испытуемый образец, поскольку предварительное высушивание и влажность среды при кондиционировании могут привести к изменению содержания формальдегида в пробе. Перед испытанием пробу хранят в контейнере.

Примечание 4 – Пробу можно хранить в полиэтиленовом пакете, завернутом в алюминиевую фольгу. Указанная мера предосторожности во время хранения связана с тем, что формальдегид может диффундировать через поры пакета. Кроме того, катализаторы и другие соединения, присутствующие в товарном нестирированном текстильном изделии, могут реагировать с фольгой при непосредственном контакте с ней.

Разрезают два испытуемых образца, отобранных из пробы, на мелкие кусочки и взвешивают 1 г кусочков с точностью до 10 мг. Если содержание формальдегида является низким, увеличивают на-веску испытуемого образца до 2,5 г для достижения достаточной точности определения.

Взвешенные кусочки каждого образца помещают в колбу с пробкой вместимостью 250 мл (5.2) и добавляют 100 мл воды (4.1). Плотно закрывают пробкой и помещают в водянную баню при (40 ± 2) °C на (60 ± 5) мин. Не реже чем через каждые 5 мин встряхивают колбу. Затем раствор фильтруют через фильтр (5.8) в другую колбу.

В спорных случаях параллельно проводят кондиционирование образца для расчета поправочного коэффициента, применяемого для корректировки массы образца, отобранного для испытания.

Вырезают из пробы образец, взвешивают и после кондиционирования (в соответствии с ISO 139) проводят повторное взвешивание. Используют полученные значения для расчета поправочного коэффициента. Поправочный коэффициент применяют для расчета массы кондиционированного испытуемого образца, используемого для получения экстракта.

## 8 Проведение испытания

**8.1** Помещают 5 мл отфильтрованного раствора экстракта пробы в пробирку (5.6) и 5 мл каждого из калибровочных растворов формальдегида в другие пробирки (5.6). Добавляют в каждую пробирку 5 мл ацетилацетонового реагента и встряхивают пробирки.

**8.2** Выдерживают испытательные пробирки сначала в водяной бане при  $(40 \pm 2)$  °C в течение  $(30 \pm 5)$  мин и далее при комнатной температуре в течение  $(30 \pm 5)$  мин. Используя в качестве холостой пробы раствор, полученный растворением 5 мл реагента ацетилацетона в 5 мл воды и обработанный указанным выше способом, измеряют на спектрометре оптическую плотность в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волн 412 нм относительно воды (4.1).

**8.3** Если предполагается, что содержание формальдегида в экстракте из текстильного материала превышает 500 мг/кг, или если значение, рассчитанное при проведении испытания раствора с соотношением компонентов 5 : 5, превышает 500 мг/кг, разбавляют экстракт до получения раствора с оптической плотностью, находящейся в диапазоне калибровочной кривой (коэффициент разбавления должен учитываться при обработке результатов).

**8.4** Для учета влияния любых примесей или изменения цвета испытуемого раствора помещают 5 мл экстракта образца в отдельную испытательную пробирку, добавляют вместо ацетилацетона 5 мл воды (4.1) и обрабатывают указанным выше способом. Определяют оптическую плотность полученного контрольного раствора таким же образом, как указано выше, но с использованием в качестве холостой пробы воды (4.1).

**8.5** Проводят не менее двух параллельных определений.

Внимание – Воздействие на образовавшийся раствор с желтой окраской прямых солнечных лучей в течение некоторого периода времени вызывает его выцветание. При наличии яркого солнечного света, если после образования в пробирках окрашенных растворов и перед измерением оптической плотности существует задержка (например, 1 ч), следует обеспечить защиту пробирок, например, закрывая их экраном, не содержащим формальдегид. При других условиях цвет является стабильным в течение значительного периода времени (как минимум в течение ночи) и измерение оптической плотности при необходимости может быть отложено.

**8.6** При подозрении, что поглощение может быть вызвано не только присутствием формальдегида, но и присутствием, например, экстрагированных красителей, проводят проверочное испытание с использованием димедона (см. 8.7).

Примечание 5 – Димедон реагирует с формальдегидом, и поэтому окрашивание в результате реакции формальдегида не наблюдается.

**8.7** Для проведения проверочного испытания с использованием димедона помещают 5 мл экстракта образца (при необходимости разбавленного, см. раздел 7) в испытательную пробирку, добавляют 1 мл спиртового раствора димедона и встряхивают.

Выдерживают раствор на водяной бане при  $(40 \pm 2)$  °C в течение  $(10 \pm 1)$  мин, затем добавляют 5 мл ацетилацетонового реагента, встряхивают и продолжают выдерживание раствора на водяной бане при  $(40 \pm 2)$  °C в течение  $(30 \pm 5)$  мин. Оставляют раствор в покое на  $(30 \pm 5)$  мин при комнатной температуре. Определяют оптическую плотность раствора, используя в качестве холостого раствор, приготовленный таким же образом, как указано выше, но с добавлением воды вместо экстракта образца. Поглощение формальдегидом при длине волны 412 нм (4.1) должно отсутствовать.

## 9 Расчет и выражение результатов

Для каждого испытуемого образца корректируют оптическую плотность следующим образом:

$$A = As - Ab - (Ad),$$

где  $A$  – скорректированное значение оптической плотности;

$As$  – измеренное значение оптической плотности испытуемого раствора;

$Ab$  – измеренное значение оптической плотности холостой пробы;

$Ad$  – измеренное значение оптической плотности контрольной раствор (только в случае изменения окраски или наличия другого загрязнения).

Используя скорректированное значение оптической плотности, определяют по калибровочной кривой содержание формальдегида в микрограммах на миллилитр.

Рассчитывают для каждого образца содержание извлеченного формальдегида  $F$ , мг/кг, по формуле

$$F = \frac{C \times 100}{W},$$

где  $C$  – концентрация формальдегида в растворе, определенная по калибровочному графику, мг/л.

$W$  – масса испытуемого образца, г.

Рассчитывают среднеарифметическое двух значений.

Если результат определения составляет менее 20 мг/кг, содержание формальдегида указывают в протоколе испытания как «не обнаружен».

## 10 Протокол испытания

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- a) ссылку на настоящий стандарт;
- b) дату поступления пробы, способ ее хранения перед испытанием и дату испытания;
- c) описание испытанной пробы и ее упаковки;
- d) массу испытанных образцов и при необходимости поправочный коэффициент для массы;
- e) диапазон калибровочного графика;
- f) содержание извлеченного из пробы формальдегида, выраженное в соответствии с разделом 9.
- g) любое отклонение, по соглашению или иное, от установленного метода.

**Приложение А**  
(обязательное)

**Стандартизация основного раствора формальдегида**

**A.1 Общие положения**

Необходимо провести точную стандартизацию основного раствора, содержащего приблизительно 1 500 мкг/мл формальдегида, для построения точной калибровочной кривой, используемой в колориметрическом анализе.

**A.2 Сущность стандартизации раствора**

Аликвота основного раствора реагирует с избытком сульфита натрия с последующим его титрованием раствором кислоты в присутствии индикатора тимолфталеина.

**A.3 Аппаратура**

**A.3.1 Мерная пипетка** вместимостью 10 мл.

**A.3.2 Мерная пипетка** вместимостью 50 мл.

**A.3.3 Бюretка** вместимостью 50 мл.

**A.3.4 Колба Эрленмейера** вместимостью 150 мл.

**A.4 Реактивы**

**A.4.1 Сульфит натрия**, раствор концентрации  $c(\text{Na}_2\text{SO}_3) = 1$  моль/л, приготовленный растворением 126 г безводного  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  в 1 л воды (A.1).

**A.4.2 Тимолфталеин**, спиртовой раствор концентрации 10 г/л.

**A.4.3 Серная кислота**, раствор концентрации  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,01$  моль/л.

Примечание – Может быть использован стандартизованный реагент, имеющийся в продаже, или реагент должен быть стандартизирован с использованием стандартного раствора гидроксида натрия.

**A.5 Проведение стандартизации**

Переносят пипеткой 50 мл раствора сульфита натрия (A.4.1) в колбу Эрленмейера (A.3.4). Добавляют две капли раствора индикатора тимолфталеина (A.4.2). Добавляют при необходимости несколько капель серной кислоты (A.4.3) до исчезновения голубой окраски.

Вводят в колбу пипеткой 10 мл основного раствора формальдегида (снова появляется голубая окраска). Титруют раствор серной кислотой (A.4.3) до исчезновения голубой окраски. Записывают объем израсходованного раствора серной кислоты.

Примечание 1 – Объем серной кислоты должен составлять приблизительно 25 мл.

Примечание 2 – Вместо индикатора тимолфталеина допускается использовать калиброванный pH-метр, в этом случае достижение конечной точки титрования происходит при  $\text{pH} = 9,5$ .

Титрование раствора проводят дважды.

**A.6 Расчет**

1 мл израсходованного раствора серной кислоты концентрации 0,01 моль/л соответствует содержанию 0,6 мг формальдегида в 1 мл основного раствора.

Объем израсходованной серной кислоты в миллилитрах  $\times 0,6 \times 1000$  по формуле

Объем пробы основного раствора в миллилитрах

Рассчитывают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений и используют полученное значение концентрации при построении калибровочной кривой для колориметрического анализа.

**Приложение В**  
(справочное)**Информация о точности метода**

Настоящий метод основан на финском методе, для которого было установлено, что его точность зависит от содержания формальдегида в пробе и для однородных проб характеризуется следующими значениями:

содержание формальдегида мг/кг	приблизительное значение погрешности %
1 000	0,5
100	2,5
20	15
10	80

Из-за специфических условий метода невозможно доказать, что результаты определения ниже 20 мг/кг относятся к содержанию формальдегида.

Следует отметить, что калибровочный график, используемый в методе настоящего стандарта, отличается от калибровочного графика, применявшегося для получения указанных выше результатов.

**Приложение Д.А**  
(справочное)

**Сведения о соответствии государственного стандарта  
ссылочному международному стандарту**

**Таблица Д.А.1 – Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному международному стандарту**

Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
ISO 139:20 05 Текстиль. Стандартные атмосферные условия для кондиционирования и испытаний	IDT	СТБ ISO 139-2008 Материалы текстильные. Стандартные атмосферные условия для кондиционирования и испытаний

Ответственный за выпуск *В. Л. Гуревич*

---

Сдано в набор 10.05.2011. Подписано в печать 08.06.2011. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.  
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,51 Уч.- изд. л. 0,56 Тираж 20 экз. Заказ 1089

---

Издатель и полиграфическое исполнение:

Научно-производственное республиканское унитарное предприятие  
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)  
ЛИ № 02330/0552843 от 08.04.2009.  
ул. Мележа, 3, комн. 406, 220113, Минск.